AMOTOX

(AMOSTRADOR DE ORGÂNICOS TÓXICOS)

MANUAL DE OPERAÇÃO

Responsável:

José Walderley Coêlho Dias

ÍNDICE

Continua

ÍNDICE (continuação)

Continua

1.0 INTRODUÇÃO

O objetivo deste manual é apresentar as técnicas de calibração, operação e manutenção do A-mostrador de Orgânicos Tóxicos – **AMOTOX** – usado na amostragem de uma série de pesticidas orga-noclorados, bifenis policlorados (PCBs), dioxinas, dibenzofuranos policlorados e hidrocarbonetos aromá-ticos policíclicos (HAP – “PAH” em inglês).

Figura 1.1 O AMOTOX (com a porta aberta)

Para a fabricação do **AMOTOX**, a ENERGÉTICA baseou-se nos “PolyUrethane Foam (PUF) Sam-plers “ (Amostradores de Espuma de Poliuretano) da ex-Wedding & Associates e da ex-Andersen, em-presas que a ENERGÉTICA representou no Brasil na década de 1990, bem como no Método TO-4 (da EPA). Referências aos manuais das duas empresas e ao TO-4 encontram-se na Seção 9.0.

Para conveniência do usuário, os formulários apresentados neste manual encontram-se em branco no Apêndice G, a fim de que possam ser reproduzidos e utilizados em serviço.

Para outras informações, não constantes neste manual, sugerimos comunicar-se com a ENER-GÉTICA.

2.0 PRINCÍPIOS, MÉTODOS E APLICAÇÕES

2.1 Princípios de Operação

O **AMOTOX** (Amostrador de Orgânicos Tóxicos) é designado para amostragem de uma série de pesticidas organoclorados, bifenis policlorado (PCBs), dioxinas, dibenzofuranos policlorados e hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA). Na Seção 2.3 são listados documentos da US EPA para os métodos TO-4, TO-9 e TO-13, respectivamente para pesticidas e PCBs, para dioxinas e para PAHs.

O **AMOTOX** utiliza uma versão altamente modificada do AGV PTS (Amostrador de Grande Volume para Partículas Totais em Suspensão), empregando um cartucho de amostragem com EPU (espuma de poliuretano – PUF em inglês) pré-filtrado, especialmente fabricado. O cartucho é usado para amostragem do ar ambiente a vazões na faixa de 200 a 300 L/min, utilizando espumas com diâmetro de 63 mm (2,5 polegadas) e comprimento de 76 mm (3 polegadas), aproximadamente.

Os limites de detecção são ditados pelos métodos analíticos empregados, pelo cuidado tomado para se conseguir níveis baixos de contaminação de fundo e pelos volumes de ar amostrados. Os volumes de amostra são, por sua vez, determinados pela duração da amostragem e pela resistência ao fluxo da combinação pré-filtro, cartucho com a espuma de poliuretano e placa de orifício.

Visto que a resistência ao fluxo da espuma é essencialmente fixa, a resistência do pré-filtro é o principal parâmetro controlado pelo operador. O pré-filtro tem um diâmetro de 102 mm. Pode-se usar qualquer tipo de filtro, contanto que permita fluxos de ar adequados para a determinação dos orgânicos tóxicos desejados em concentrações antecipadas.

Uma válvula bypass ajustável permite ao usuário estabelecer o fluxo. A vazão é monitorada pela pressão diferencial na placa de orifício logo a jusante do cartucho.

O ar é sugado através do pré-filtro de 102 mm e em seguida através da espuma de poliuretano alojada dentro do porta-espuma de vidro. O material retém os vapores orgânicos. PAHs com vida curta podem ser retidos pelo uso adicional de resinas adsorventes como a XAD-2. A recuperação é por extração Soxhlet. Geralmente, os plugues de espuma de poliuretano e o pré-filtro são extraídos separadamente. O material recuperado é analisado por meio de cromatografia gasosa ou por cromatografia líquida de alta resolução.

2.2 Meios de Coleta

Dois tipos de material têm sido recomendados para coleta de amostras no **AMOTOX**: espuma de poliuretano e sorventes sólidos granulares. A espuma pode ser usada separadamente ou em conjunto com os sólidos granulares. O sorvente pode ser extraído e reutilizado (após secagem) sem ter que retirá-lo do cartucho.

1. **Espuma de Poliuretano (EPU).** Do tipo poliéster (densidade n° 3014, 0,0225 g/cm^3, ou equivalente), comumente usada em forração de móveis, travesseiros e colchões. Em forma de tarugo, circular, com comprimento comumente de 76,2 mm (3”). Há tarugos também de 50,8 mm (2”) e 25,4 mm (1”). A espuma é normalmente de cor branca, porém torna-se amarela com a exposição à luz.

2. **Sólidos Granulares.** São recomendados sorventes de cromatografia porosa (macrorreticular). Deve-se escolher tamanhos de poros e de malhas (mesh) de modo que permitam vazões ar de pelo menos 200 L/min. Recomenda-se aproximadamente 25 cm^3 de sorvente. Os sólidos granulares podem ser “sanduichados” entre duas camadas de espuma a fim de evitar perda durante a amostragem e extração.

2.3 Métodos TO

O **AMOTOX** atende aos métodos TO (toxic organic) da US EPA:

- Método TO-4 - “Determinação de Pesticidas Organoclorados e Bifenis Policlorados no Ar Ambiente”.
- Método TO-9 - “Determinação de Dioxinas-Dibenzo-p Policloradas no Ar Ambiente por meio de Cromatografia de Alta resolução e Espectrometria de Massa de Alta Resolução”.
- Método TO-13 - “Determinação de Benzeno (a) Pireno e Outros Hidrocarbonetos Aromáticos Polinucleares (HAP) no Ar Ambiente por Meio de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida de Alta Resolução”.

Ver o Capítulo 9.0 (REFERÊCIAS) para os títulos em inglês dos métodos TO.

3.0 O EQUIPAMENTO

O **AMOTOX** é constituído dos seguintes componentes (Figuras 1.1 e 3.1):

- Casinhola de abrigo, de alumínio anodizado, com porta e alças de transporte
- Conjunto porta-filtro/porta-espuma
- Placa de orifício
- Porta-motor, de fibra de vidro, forma cilíndrica, com motoaspirador
- Painel de controle, com programador semanal de operação (timer), horâmetro, chave liga-desliga, sinaleiro e porta-fusível;
- Sistema bypass
- Registrador de eventos, contínuo, com mangueira de tomada de pressão
- Sistema de alimentação, com cabo de 5 m e tomada para plugue do painel
- Abafador de ruídos

O **AMOTOX** pode ser fornecido para 110 V ou 220 V, conforme a necessidade do cliente. Dados técnicos do amostrador, tanto para 110 V quanto para 220 V, são apresentados na Tabela 3.1. O calibrador do amostrador é detalhado na Subseção 3.9.

O **AMOTOX** é normalmente fornecido já montado, embalado numa só caixa. Portanto, para operação, basta instalá-lo no local de amostragem, ligá-lo numa tomada, calibrá-lo, colocar um filtro no porta-filtro e um espuma de poliuretano no porta-espuma, colocar uma carta gráfica e uma pena no registrador, programar o timer e dar partida.

Tabela 3.1 Dados Técnicos do AMOTOX

	110 V	**220 V**
Casinhola	Alumínio anodizado (12 μm)	Alumínio anodizado (12 μm)
Motoaspirador	Dois estágios, refrigeração direta, 120 V/60 Hz, monofásico, 145 mm de diâmetro	Dois estágios, refrigeração direta, 240 V/60 Hz, monofásico, 145 mm de diâmetro
Vazão	Faixa de 0,2 a 0,3 m^3/min	Faixa de 0,2 a 0,3 m^3/min
Potência	Em torno de 800 W	Em torno de 800 W
Amperagem	Em torno de 7 A	Em torno de 4 A
Peso	30 Kg	30 kg
Altura	137 cm	137 cm
Laterais do teto	47 cm x 47 cm	47 cm x 47 cm
Laterais da base	38 cm x 38 cm	38 cm x 38 cm
Nível do filtro	107 cm	107 cm
Porta-filtro	Para filtros de 102 mm de diâmetro	Para filtros de 102 mm de diâmetro
Tipos de espuma	Poliuretano	Poliuretano
Manômetro	De coluna d'água, 400 mm na escala, divisão mima 1 mm	De coluna d'água, 400 mm na escala, divisão mima 1 mm
Registrador de eventos RP4	Para carta circular de 102 mm de diâmetro, giro de 24 h, 110 V/60 Hz.	Para carta circular de 102 mm de diâmetro, giro de 24 h, 110 V/60 Hz.
Timer	Digital, resolução de 1 seg., com programação semanal, 110 V/60 Hz	Digital, resolução de 1 seg., com programação semanal, 220 V/60 Hz
Horâmetro	Eletromecânico, resolução de 1/100 h, 110 V/ 60 Hz.	Eletromecânico, resolução de 1/100 h 220 V/ 60 Hz.

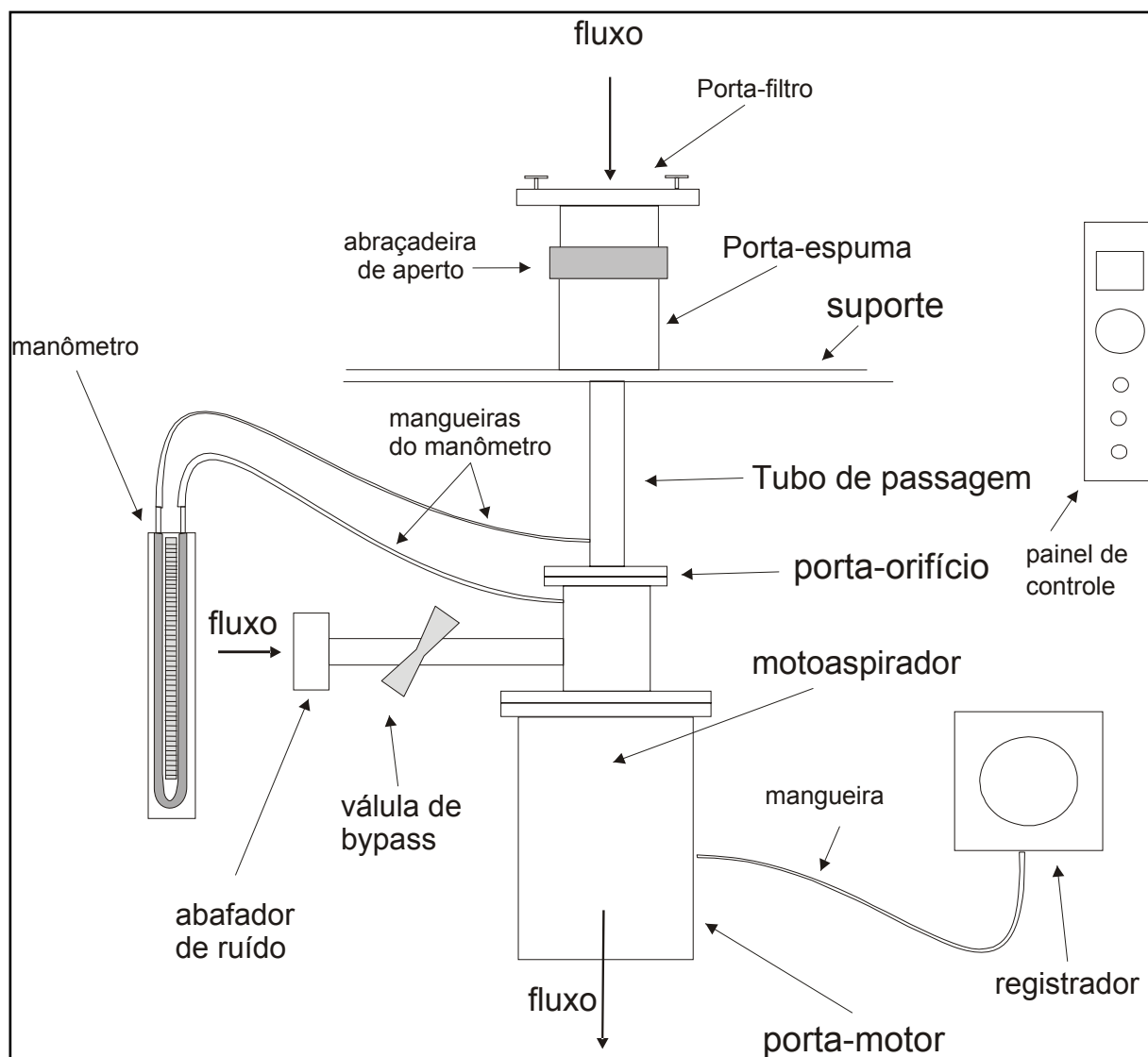



Figura 3.1 Esquema do AMOTOX

3.1 Casinhola (Figura 1.1)

A casinhola é feita de alumínio anodizado e é munida de porta e teto.

O teto, com duas águas, é preso à base do amostrador por duas dobradiças. Quando em operação, o teto deve estar baixado. Para mantê-lo erguido, há uma escora de alumínio presa no topo da lateral da casinhola, à esquerda do operador. Fecha-se o teto por meio de cadeado.

Há dois compartimentos na casinhola, separados por uma bandeja. No compartimento superior fica o porta-filtro/porta-espuma. Acessa-se o compartimento superior levantando-se o teto. No inferior, acessado pela porta frontal, ficam o sistema de controle de vazão (placa de orifício e sistema bypass), o painel de controle, o porta-motor e o registrador de eventos. A porta, frontal, é fechada à chave.

Na lateral esquerda da casinhola fica o abafador de ruídos, dentro de uma caixa de alumínio.

3.2 Conjunto Porta-espuma/Porta-filtro (Figuras 3.1 e 3.2)

O Conjunto porta-espuma/porta-filtro é localizado no compartimento superior da casinhola. O porta-espuma consiste num tubo de vidro espesso com um ressalto circunferencial interno para apoio de uma placa de PTFE ou de inox perfurada, a qual, por sua vez, sustenta o tarugo de espuma dentro do tubo. Já o porta-filtro fica por cima do porta-espuma e conta com duas telas de inox, para suporte do filtro, e 4 parafusos verticais. Recomenda-se utilizar filtro de fibra de vidro ou de quartzo, circular, com 102 mm de diâmetro. O filtro é mantido no porta-filtro mediante uma moldura de aperto, de alumínio, com 4 furos, para encaixe nos 4 parafusos do porta-filtro. O aperto se dá por 4 manípulos de alumínio.

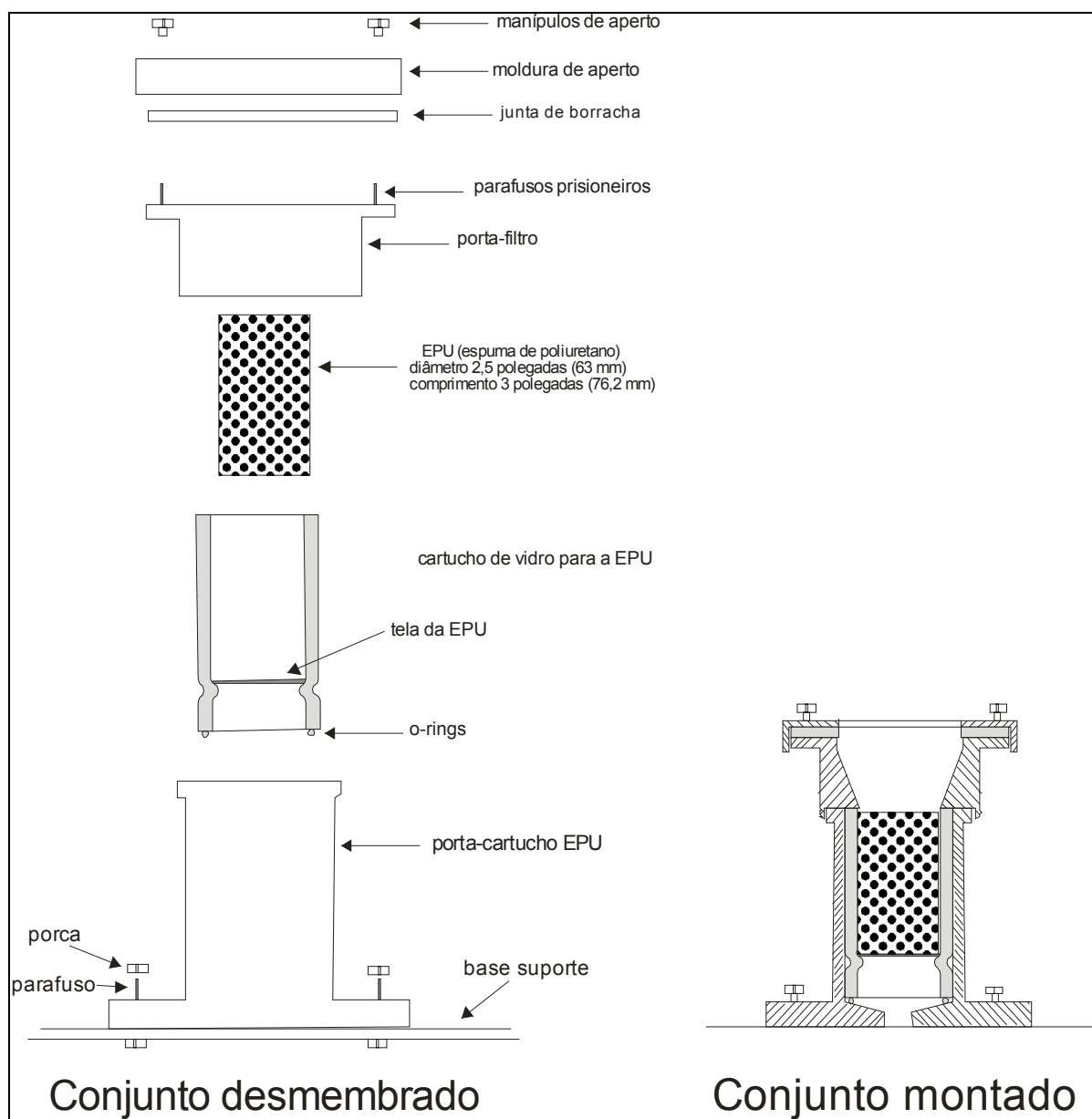



Figura 3.2 O Conjunto Porta-filtro/Porta-espuma

A espuma de poliuretano é do tipo poliéster, com densidade n° 3014 ou 0,0225 g/cm^3. Por sua vez, o pré-filtro pode ser de fibra de vidro ou de fibra de quartzo, com 102 mm de diâmetro.

3.3 Controlador/Medidor Volumétrico de Vazão

O controlador/medidor consiste basicamente em uma placa de orifício e um sistema bypass.

Placa de orifício

A placa de orifício serve como sistema auxiliar para se medir a vazão de ar no sistema. Conhecendo-se a pressão diferencial (dH_o) através da placa, pode-se obter a vazão de operação (Q) mediante uma relação de “calibração”. A placa é localizada entre as duas flanges no fim tubo esguio que vem do porta-espuma. Os valores das pressões a montante e a jusante da placa são tomados nos espigões localizados respectivamente a montante e a jusante das flanges. A pressão diferencial através da placa é medida pelo manômetro de coluna d’água localizado fora da casinhola.

Sistema bypass (Figura 3.1)

O sistema bypass permite que se ajuste o fluxo de ar no sistema de amostragem, ajustando-se a entrada de fluxo de ar extra para o motor. Faz-se este ajuste com uma válvula localizada no sistema bypass. Abrindo-se a válvula, aumenta o fluxo pelo bypass e diminui o fluxo pelo sistema de amostragem. Fechando-se válvula, faz-se o inverso. A válvula é mantida apertada, para que não se mova após estabelecer-se o fluxo no sistema de amostragem.

3.4 Porta-Motor (Figuras 1.1, 3.1 e 8.1)

Consiste em um cilindro de fibra de vidro com flange na sua parte superior, um prensa-cabo à meia altura, um espigão para receber a mangueira que se conecta ao registrador de eventos e um furo central no fundo. Dentro do porta-motor se aloja o motoaspirador, que se “senta” num assento de borracha. O motor recebe energia de uma das tomadas localizadas no painel.

O porta-motor é mantido preso pela abraçadeira fixada no fundo da casinhola. Para a remoção do porta-motor, primeiramente solte-o de sua abraçadeira e retire o plugue do motor de sua respectiva tomada na caixa de tomadas e, em seguida, afrouxe os quatro manípulos de alumínio, tendo o cuidado de segurar firmemente o porta-motor com uma das mãos.

É um dos componentes do amostrador desmontado com mais frequência, para a troca das escovas do motor ou do próprio motor. A manutenção do motor e de suas escovas pode ser visto com detalhe na Subseção 8.1.

3.5 Painel de Controle (Figuras 1.1, 3.1, 3.3 e 8.2)

O painel de controle é de alumínio anodizado e contém, de cima para baixo, os seguintes instrumentos e acessórios: timer, horâmetro, chave liga-desliga, sinaleiro e porta-fusível. Além disso, conta com um plugue de extensão para recebimento da força elétrica e duas tomadas para recebimento dos plugues elétricos da caixa de tomadas (que, por sua vez, recebe os plugues do motoaspirador e do ventilador) e do registrador. Compacto, o painel é fixado no interior da casinhola, à direita do observador, por apenas dois parafusos.

O painel contém quase todo o sistema elétrico do amostrador. Ver o esquema elétrico do amostrador nas Figuras 3.3 e 8.2.

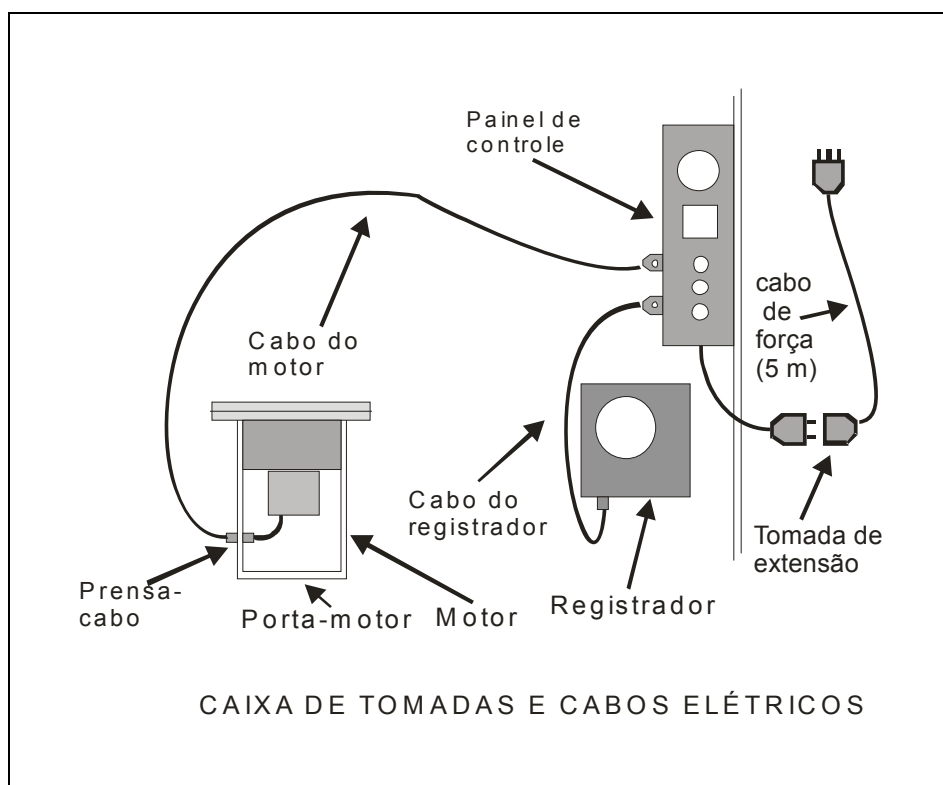



Figura 3.3 Detalhes Esquemáticos de Ligações Elétricas

3.6 Manômetro de Coluna d'Água, de 400 mm (Figuras 1.1 e 3.1)

Para a determinação da pressão diferencial na placa de orifício, este manômetro consiste em duas colunas em "U" de tubo de vidro e uma escala com 400 mm, instaladas numa calha de alumínio anodizado. Os terminais são de latão cromado e providos de válvulas. Um dos terminais recebe a mangueira que vem do espigão a montante da placa de orifício e o outro a mangueira que vem do espigão a jusante da placa. O manômetro é preso, por parafusos, a dois suportes de alumínio fixados na lateral da casinhola.

O líquido do manômetro consiste em água destilada (densidade 1,0), de preferência também deionizada, misturada com um corante para contraste de leitura.

Nota: Ambas as válvulas do manômetro devem ficar sempre fechadas, só sendo abertas para leituras da pressão diferencial, evitando-se, assim, a entrada indevida de elementos estranhos e a perda do líquido por evaporação.

3.7 Registrador Contínuo de Eventos (Figuras 1.1, 3.1 e 3.3)

O registrador empregado pela ENERGÉTICA no **AMOTOX**, ao contrário do registrador utilizado no AGV PTS tradicional, tem a função de apenas registrar eventuais anormalidades durante a operação de amostragem. O próprio traçado na carta circular indica como se portou o amostrador durante a amostragem. É, por esta razão, conhecido por Registrador Contínuo de Eventos. Ele não deve, em hipótese alguma, ser utilizado para medição de vazão.

Conectado, por meio de uma mangueira, a um adaptador (espigão) fixado na lateral do porta-motor, o registrador "monitora" a pressão "positiva" dentro do porta-motor, a qual, com o equipamento em funcionamento, é sempre superior à pressão atmosférica. O fole sempre trabalha em expansão. O registrador recebe energia de uma das tomadas localizadas no painel de controle.

O registrador do **AMOTOX** é ajustado na fábrica de tal modo que a deflexão de pena, com o equipamento em funcionamento, permaneça em torno do 6 da carta gráfica.

Ver detalhes sobre o registrador contínuo no Apêndice C.

3.8 Componentes Menores

Abraçadeira do porta-motor. - Dentro da casinhola, à altura do porta-motor (quando instalado), está fixada uma estrutura de alumínio, tipo abraçadeira, cuja finalidade é manter firme, durante transporte do amostrador, o conjunto sistema bypass/controlador de vazão/porta-motor. A abraçadeira propriamente dita é forrada de borracha e é dotada de dois parafusos e porcas de aperto.

Adaptadores da tomada da pressão da placa de orifício. - No lado de fora da casinhola, à esquerda do operador, estão fixados dois adaptadores (espigões) para as tomadas das pressões (a montante e a jusante) da placa de orifício. Do lado de dentro da casinhola, correm as mangueiras até os espigões fixados no corpo alojador da placa de orifício, um a montante e outro a jusante. Atenção: Todo o cuidado é pouco com todas as mangueiras de tomada de pressão; caso contrário, corre-se o risco de erros com as determinações da vazões de operação. Nunca deixe os adaptadores das tomadas de pressão de estagnação abertos para a atmosfera.

Abafador de ruído. Localizado, na extremidade do sistema bypass e localizado fora da casinhola, o abafador é munido de uma tampa de alumínio, na forma de paralelepípedo, que se encaixa por dois trilhos-guias.

Cabo de força. - O cabo de força, de 5 m, fornecido com o amostrador, penetra no aparelho através de um prensa-cabo instalado na lateral de fundo. Na sua extremidade interna, o cabo é dotado de uma tomada de extensão, para receber o plugue de alimentação do painel de controle.

Suporte do manômetro. - O manômetro de 400 mm é instalado em duas asas de suporte, por sua vez fixadas no lado esquerdo da casinhola. Ele sai, normalmente, instalado da fábrica.

Alças para transporte. - Para transporte do aparelho, estas alças estão localizadas nas duas laterais da casinhola.

Porta. - É dotada de fecho e chave.

3.9 Energização do AMOTOX

A energização do **AMOTOX** se dá em três estágios:

1) **Ligação na tomada de alimentação. -** O **AMOTOX** vem com um cabo de extensão de 5 m, tendo, numa extremidade, um plugue grande de dois pinos e terminal para terra e, na outra, uma tomada de prolongamento para receber um plugue menor que se estende da traseira do painel de controle. A função deste segundo plugue é facilitar a desmontagem do painel para reparo do sistema elétrico. Portanto, certifique-se, de início, de que ambos os plugues estejam devidamente encaixados.

2) **Chave liga-desliga. -** Localizada no painel, a chave, quando ligada (para cima), deixa o sistema em condições de se energizar. Quando o timer já está programado para acionar o amostrador, todos os consumidores (motor, registrador e horâmetro) se energizam ao se ligar a chave. O timer digital já é energizado por uma bateria embutida, a fim de não parar o "clock" de seu sistema. O sinaleiro logo abaixo da chave indica, quando aceso, que o sistema está ligado. Um porta-fusível, abaixo do sinaleiro, serve para proteção. Recomenda-se usar fusível de 10 A (para 110 V) ou de 5 A (para 220 V). Caso ligar a chave e o sinaleiro não acender, sugere-se ao usuário verificar primeiramente se o fusível está bom e bem encaixado. Se não houver erro com o fusível, o usuário deve então checar a alimentação.

3) **Acionamento do timer. -** Quando acionado, o timer liga, simultaneamente, o motor, o registrador e o horâmetro. Normalmente, o timer liga e desliga automaticamente, conforme programação prévia. Entretanto, ele pode ser ligado e desligado manualmente, a qualquer momento que se queira. A programação do timer é objeto do Apêndice A.

3.10 Controle do tempo

O amostrador é normalmente usado para coletas de 24 horas.

Controla-se o tempo de coleta programando-se o timer para energizar e desenergizar o amostrador no horário desejado. É bom lembrar que o timer tem apenas a função de ligar e desligar o aparelho. O timer do **AMOTOX** é digital, de alta precisão.

O registrador contínuo de eventos dá um giro completo em 24 horas.

Tanto o timer quanto o registrador dão também indicação do tempo de amostragem. Entretanto, estas indicações não têm valor formal. Formalmente, o tempo decorrido de amostragem é apenas aquele indicado pelo horâmetro, que indica o tempo cumulativamente e com grande precisão (em centésimo da hora). O horâmetro é também útil na determinação do tempo acumulado do uso do motor e de suas escovas, o que facilita a realização de um programa de manutenção preventiva. Detalhes sobre o horâmetro são apresentados no Apêndice B.

3.11 Volume de Ar Amostrado

O volume é dado de maneira indireta: vazão média durante o tempo decorrido de coleta multiplicada pelo tempo decorrido de coleta.

Ver, na Seção 8.0, o procedimento de cálculo do volume de ar amostrado.

3.12 Calibrador Padrão de Vazão para Médio Volume (CPVMV) (Figura 3.4)

O calibrador utilizado para a calibração do **AMOTOX** é adequado para vazões médias, na faixa de 100 a 300 L/min. Por esta razão ele recebe a sigla CPVMV – Calibrador padrão de Vazão para Médio

O CPVMV para a calibração do **AMOTOX** é fornecido com um copo com um orifício, uma placa adaptadora (para instalação no amostrador), um certificado de calibração do copo de orifício, um conjunto de cinco placas circulares de resistência, respectivamente com 8, 9, 11, 13 e 14 furos, um manômetro de coluna contendo um líquido indicador de densidade 1,0 e com 400 mm na escala e uma mangueira flexível para ligação do copo de orifício ao manômetro. Ver Figura 3.4 com um croqui do CPVMV ENERGÉTICA.

<u>**Nota**</u>: O CPVMV utilizado na calibração do **AMOTOX** é idêntico ao utilizado na calibração do HANDI-VOL, à exceção das placas de resistência empregadas.

Ressalta-se que o CPVMV fornecido pela ENERGÉTICA não inclui nem o termômetro nem o barômetro, pois supõe-se que o cliente já os possui.

A metodologia de calibração do CPVMV é apresentada no Apêndice D.

3.13 Estanqueidade

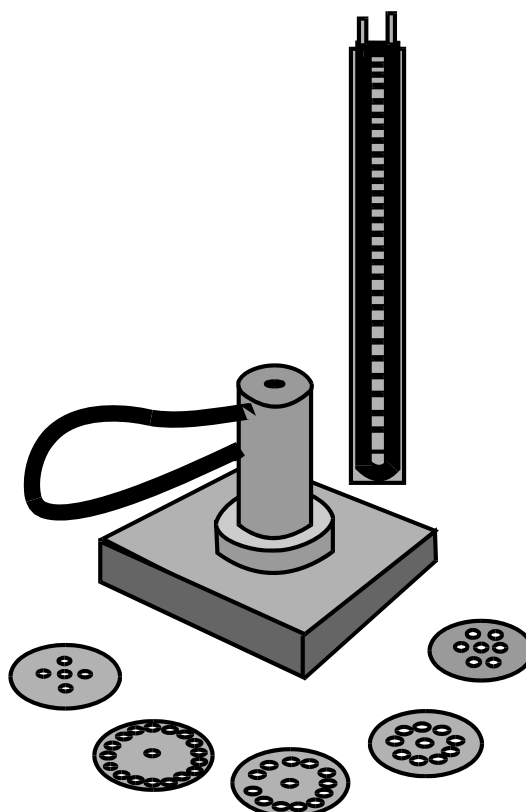
Os testes de estanqueidade devem ser realizados antes de cada calibração (ver Seção 5.0 para detalhes) ou quando se tornar necessário por outra razão. Deve-se proceder da seguinte maneira:

No croqui vê-se a placa adaptadora, o copo de orifício e a mangueira que vem do manômetro em U e as placas de resistência. <u>**Nota**</u>: São utilizadas, normalmente, cinco placas na calibração do **AMOTOX**.
Para a colocação de cada placa, remove-se o copo de orifício, coloca-se a placa sobre a junta de vedação e em seguida recoloca-se o copo pressionando-o à placa com o conjunto macho-fêmea rosqueado de acoplamento.
No desenho, o manômetro em U, em posição vertical, está com seu líquido em posição zerada. O terminal com espigão recebe a mangueira que vem do copo do orifício. O outro terminal fica aberto para a atmosfera durante a operação. O cursor com a escala pode ser deslocado, pelo usuário, para cima e para baixo. Ele tem, no centro, uma porca redonda que serve para aperto e como manípulo. As duas torneiras nos terminais são para impedir que se derrame o líquido, quando o manômetro não estiver em uso.
Deve-se ressaltar que o copo de orifício é o componente primordial do CPVMV, pois é pelo orifício que passa a vazão que funciona como padrão. Portanto, o orifício, devido à sua importância, deve ser protegido contra impacto ou qualquer outra ação que altere a sua geometria. Caso venha a ocorrer alteração, por menor que seja, o copo com orifício tem que ser enviado para recalibração.

Figura 3.4 Croqui do CPVMV ENERGÉTICA

1. Monte o sistema de calibração conforme ilustrado na Figura 5.2. **O AMOTOX** é calibrado sem filtro e espumas instalados. Ao instalar a placa adaptadora do CPVMV na tela de suporte do filtro, aperte bem os manípulos, em cantos alternados, de modo a impedir vazamentos e a obter aperto uniforme. O aperto deve ser à mão; compressão em demasia pode danificar a junta. Certifique-se que a junta do CPVMV esteja entre a placa adaptadora e o CPVMV. Instale o CPVMV na placa adaptadora, certificando-se de que o anel de aperto fica bem rosqueado.

2. Tape, com uma fita adesiva reforçada, o orifício do CPVMV. Utilize uma ou mais tiras de fita, se necessário. Verifique se as válvulas (torneiras) do manômetro de 400 mm (associado ao CPVMV) estão completamente fechadas, tirando a mangueira da tomada de pressão do CPVMV e soprando por sua extremidade. Com as válvulas fechadas, o fluido não se movimenta. Coloque novamente as mangueiras nas tomadas de pressão do CPVMV. Verifique, pela porta da casinhola, se as mangueiras que conectam as tomadas de pressão do porta-orifício estão conectadas às tomadas de pressão (fixadas na lateral interna da parede da casinhola, à esquerda do operador). Agora, do lado de fora da casinhola, verifique se as mangueiras das tomadas de pressão (localizadas do lado de fora) estão conectadas ao manômetro de 400 mm.

   <u>Atenção</u>: durante esta operação, a fim de evitar refluxo, mantenha fechadas tanto as torneiras do manômetro do orifício como as torneiras do manômetro do CPVMV.

3. Energize o amostrador. Sacuda levemente o copo do CPVMV e verifique se não ocorre um som de assovio, indicativo de que há vazamento no sistema. Vazamento geralmente ocorre por aperto inadequado da placa adaptadora no porta-filtro ou do CPVMV na placa adaptadora, ou por juntas - da placa adaptadora e do CPVMV - desgastadas. Troque as juntas caso estejam desgastadas.

4. Caso não haja vazamentos no sistema, desligue o amostrador e retire a fita adesiva que está bloqueando o orifício do CPVMV. Atenção: cuidado para não queimar o motor. Lembre-se de que ele é de refrigeração direta; portanto, seja rápido.

5. Inspecione as mangueiras dos manômetros e veja se não há quebras e dobras. Com as torneiras dos manômetros abertas, sopre suavemente pelas mangueiras e verifique se o fluido se movimenta livremente. Ajuste as escalas dos manômetros, de modo que os zeros coincidam com os fundos dos meniscos.

6. Prossiga com a calibração do amostrador, conforme o Capítulo 5.0.

4.0 RECEBIMENTO E INSTALAÇÃO

4.1 Recebimento

O **AMOTOX** é normalmente fornecido numa caixa de embalagem única e já montado.

1. Retire o amostrador da caixa de embalagem.

2. Certifique-se de que o conjunto porta-filtro/porta-espuma já está acoplado.

3. Verifique se o motoaspirador está alojado no seu respectivo porta-motor (parte cilíndrica, de fibra de vidro), com seu cabo elétrico devidamente apertado no prensa-cabo do porta-motor. Verifique se as juntas do porta-motor e do porta-orifício estão devidamente apertadas. Verifique se os quatro parafusos prisioneiros da flange do porta-motor estão enfiados por dentro dos quatro furos da flange inferior do tubo intermediário. Verifique se os quatro manípulos de alumínio estão rosqueados nos parafusos prisioneiros e se estão apertados uniformemente, certificando-se de que não haja vazamento por entre as flanges. Não aperte em demasia, pois pode danificar as juntas das flanges.

4. Verifique se a mangueira do registrador contínuo está conectada entre o espigão do registrador e o espigão do porta-motor. Certifique-se que a mangueira esteja bem conectada, a fim de evitar vazamentos. Ver Figura 3.1 com detalhes.

5. Certifique-se de que o plugue do motoaspirador está instalado numa das tomadas do painel de controle. Em seguida, faça o mesmo com o plugue do registrador, encaixando-o na outra tomada do painel.

6. Verifique se o manômetro de 400 mm está instalado ao lado do amostrador, fixado, por parafusos e porcas, nos seus respectivos suportes de alumínio. Cheque as mangueiras do manômetro, verificando se as extremidades estão conectadas aos dois adaptadores (espigões) do manômetro e a outra, conectada ao adaptador da tomada da pressão de estagnação, preso ao lado (externo, à esquerda do operador) da casinhola. Certifique-se que não haja vazamentos entre as conexões da mangueira.

   Lembre-se de que se deve abrir as duas torneiras do manômetro apenas quando se for fazer leituras da pressão diferencial.

4.2 Instalação

1) Leve o amostrador para o local de amostragem e instale-o. Leve também um kit com plugues de poliuretano, filtros de fibra de vidro, cartas gráficas, ferramentas e material de limpeza.

2) O **AMOTOX** deve ser instalado ao nível do chão ou no topo de um prédio. Em áreas urbanas ou congestionadas, recomenda-se a colocação do amostrador no teto de um prédio de um andar. O amostrador deve ser localizado numa área sem obstrução, pelo menos a dois metros de qualquer obstáculo ao fluxo de ar. A mangueira de exaustão (caso haja) deve ser estendida para fora, se possível na direção preponderante dos ventos.

3) Verifique se há tomada no local da amostragem e verifique se a voltagem corresponde à do amostrador. O **AMOTOX** requer uma fonte com cerca de 1 hp.

4) Abra a porta do amostrador. Conecte o amostrador à tomada.

5) Ligue o amostrador. Se possível, com um multímetro e com o amostrador em funcionamento, cheque o nível da voltagem de alimentação do motor.

6) Instale um plugue de poliuretano e um filtro de fibra de vidro filtro no amostrador. Ligue o amostrador e certifique-se que a pena do registrador se desloca para a direita na escala.

Com as torneiras do manômetro abertas, verifique se o fluido se move. Contacte a ENERGÉTICA, caso suspeite de algum defeito.

7) Cheque o manômetro do amostrador. Veja se contém líquido com corante e se o nível deste está pela metade da escala do manômetro. A escala deve estar no meio do seu curso dentro da calha do manômetro. Mova-a com seu manípulo. Veja se as extremidades do manômetro estão conectadas, com as respectivas mangueiras, aos dois espigões ao lado da casinhola. Abra as torneirinhas do manômetro e veja o movimento do líquido. O lado que desce corresponde à tomada a montante da placa de orifício do amostrador. O lado que sobe, à tomada a jusante da placa. Com o manômetro, mede-se a pressão diferencial dH_o.

8) Desligue o amostrador. Seguindo as instruções do Apêndice A, prepare o timer para a programação de liga-desliga do amostrador. Acerte a hora.

9) Seguindo as instruções do Apêndice B, verifique o horâmetro e tome a leitura do mesmo, caso necessário.

4.3 Ajuste da Faixa de Vazão

O amostrador deve ser ajustado para operar com vazões na faixa correta.

1) Instale uma espuma de poliuretano e um pré-filtro. **Nota**: Esta espuma e o filtro não devem ser usados em amostragens. Entretanto, guarde-os para futuros ajustes.

2) Abra a porta da casinhola e localize a válvula do bypass. Abra a válvula inteiramente (sentido contrário dos ponteiros do relógio).

3) Verifique se amostrador está ligado a uma tomada de força.

4) Com o timer na posição “manual”, ponha o equipamento para funcionar. Deixe o equipamento funcionar por 5 minutos até atingir equilíbrio térmico.

   Atenção: deixar o equipamento funcionando com a válvula de bypass fechada poderá danificar o motoaspirador.

5) Utilize a Equação 5.3 e os parâmetros a_2 e b_2, obtidos na última calibração, para determinar a pressão diferencial no manômetro do orifício que corresponda a 0,225 m^3/min em condições padrão. 0,225 m^3/min é a recomendação do TO-4, para que se obtenha um volume de amostragem superior a 300 m^3-padrão numa amostragem de 24 horas. A Equação 5.3 fica da seguinte forma para dH_o explicitado:

$$dH_o = 1{,}597\left(\sqrt{\frac{T_3}{P_3}}\right)\left(a_2 Q_p + b_2\right) \quad \text{(Eq. 4.1)}$$

   Por exemplo, dH_o = 4,6 cmH_2O para

   T_3 = 298 K (25 °C)
   P_3 = 760 mmHg
   a_2 = 41,401
   b_2 = -4,718
   Q_p = 0,225 m^3/min (225 L/min)

6) Com o equipamento funcionado, abra lentamente a válvula de bypass até atingir no manômetro a leitura da pressão diferencial nas condições

7) Prossiga então para a calibração propriamente dita.

5.0 CALIBRAÇÃO

5.1 Considerações Preliminares

O objetivo da calibração do **AMOTOX** é correlacionar, por meio de um CPVMV (calibrador padrão de vazão de médio volume), a pressão diferencial no manômetro de coluna com a vazão de ar que passa no conjunto pré-filtro/espuma de poliuretano.

Como se sabe, a concentração de um determinado poluente é normalmente expressada em microgramas por metro cúbico ($\mu g/m^3$), corrigidos para as condições padrão (760 mm Hg e 298 K). Portanto, os resultados da calibração do amostrador devem prover vazões nas condições padrão (Q_p).

As indicações do manômetro de coluna d'água do **AMOTOX** são sensíveis a ambas a temperatura ambiente e a pressão barométrica. Deste modo, deve-se ter todo o cuidado na determinação dos valores médios para a temperatura (T_3) e pressão (P_3) durante o período de amostragem.

Resulta da calibração uma curva (reta) construída traçando-se uma linha por pontos de correlação entre vazão e a pressão diferencial (dH_o) do manômetro. Tem-se tradicionalmente traçado uma curva (reta) usando-se apenas 5 pontos, convenientemente distribuídos para se levantar a curva. O importante, deve-se fixar em mente, é construir uma curva que cubra a faixa de trabalho do **AMOTOX**, com pontos que vão de 0,2 a 0,3 m^3/min.

A calibração do **AMOTOX** é realizada sem espuma e filtro instalados no módulo de amostragem. Entretanto, o cartucho de vidro deve permanecer no módulo, a fim de assegurar uma boa vedação através do módulo.

Antes de descrever o procedimento de calibração, chama-se a atenção para a exigência de que a calibração propriamente dita seja realizada no mesmo local e posição em que se fará as amostragens. Portanto, a rigor, não se deve calibrar o aparelho num local e depois deslocá-lo para amostragem em outro local.

5.2 Material para a Calibração

- O CPVMV completo
- Um formulário para registro de dados (ver exemplo na Figura 5.1)
- Um termômetro de precisão para tomada da temperatura ambiente
- Um barômetro para tomada da pressão atmosférica. Caso não possua um barômetro, o usuário deve procurar obter o valor da pressão numa fonte a mais próxima possível, se possível no momento da calibração
- Kit de ferramentas e material de limpeza
- Uma prancheta para apoiar o formulário durante as anotações

5.3 Preparação Preliminar

1) Verificar se as mangueiras do manômetro do **AMOTOX** estão conectadas com os espigões da casinhola. Ambas as extremidades devem estar bem encaixadas.

2) Retirar a moldura de aperto do porta-filtro.

3) Colocar uma espuma no cartucho e um filtro novo no porta-filtro. Reinstalar a moldura de aperto e apertar os manípulos.

AMOTOX – GERAÇÃO DA RELAÇÃO DE CALIBRAÇÃO Formulário de Registro de Dados	Número:	*0011/09*
	Data:	*15/11/09*
	Executante:	*Aldo*
	Conferencista:	*José*

DADOS DO EQUIPAMENTO

AMOTOX N°	*ATX-0002*	MANÔMETRO N°	*M40-0082*

DADOS GERAIS DA CALIBRAÇÃO

Local:	*Energética*	Data:	*15/10/09*	Hora:	*13:15*

DADOS AMBIENTAIS

Pressão barométrica (P_2):	*755,9*	mm Hg	Temperatura (T_2):	*27*	°C

Identificação dos padrões de pressão e temperatura:

Barômetro n°	*BAR-002*:	Data de validade:	*04/08/09*
Termômetro n°	*TER-009*:	Data de validade:	*28/09/09*

DADOS DO CPV (CALIBRADOR PADRÃO DE VAZÃO) (VER CERT. CALIB.)

Número do CPV:	*CPVMV-0034*	Data última calibração	*09/08/09*		
Relação (reta) de calibração:					
Inclinação a_1:	*16,775*	Intercepto b_1:	*-0,040*	Correlação r_1:	*0,999*

MEDIÇÕES DA CALIBRAÇÃO

Placa N°	Pressão diferencial CPV - dH_c (cm H_2O)		Pressão diferencial orifício – dH_o(cm H_2O)	
15	10,8	11,0	3,6	3,4
13	10,6	10,7	3,4	3,3
11	9,3	9,4	3,1	2,9
9	8,8	9,9	2,9	2,8
8	6,4	6,6	2,2	2,1

OBSERVAÇÕES

Ass. Executante

Ass. Conferencista

Figura 5.1 Formulário de Registro de Dados – Geração da Relação de Calibração do AMOTOX (com exemplo)

5) Ligar o **AMOTOX**. Ler a pressão diferencial (dH_o) no manômetro (a soma das leituras “para cima” e “para baixo” com relação ao zero da escala). Como foi afirmado na Seção 4.3, a leitura deve estar em torno de 4,6 cm H_2O com o **AMOTOX** com filtro e espuma instalados, a fim de propiciar uma vazão em torno de 225 L/min. Caso não esteja em 4,6 cm H_2O, ou ligeiramente superior, ajustar com a válvula do bypass.

   Nota: Após o ajuste com a válvula, manter esta apertada até a próxima calibração. Caso ela afrouxe ou alguém a manuseie inadvertidamente entre calibrações, tem-se que realizar nova calibração.

6) Desligar o aparelho. Retirar o filtro do porta-filtro e a espuma do cartucho de vidro.

7) Instalar a placa adaptadora do CPVMV no porta-filtro. Apertá-la bem com os quatro manípulos de aperto. Não usar filtro nem espuma, pois a calibração é toda feita apenas com as placas de resistência.

8) Pegar o manômetro do CPVMV e escanchá-lo na porta do **AMOTOX**. Verificar se o nível do líquido está próximo da metade da escala. Caso não haja líquido suficiente, completá-lo. Zerar o manômetro, coincidindo o zero da escala com o nível do líquido. Para movimentar a escala, afrouxar e apertar o manípulo existente no meio da escala.

9) Conectar, com uma mangueira (de preferência de silicone ou de tygon), o manômetro ao bico da tomada de pressão no copo de orifício.

A Figura 5.2 mostra o **AMOTOX** com o CPVMV montado.

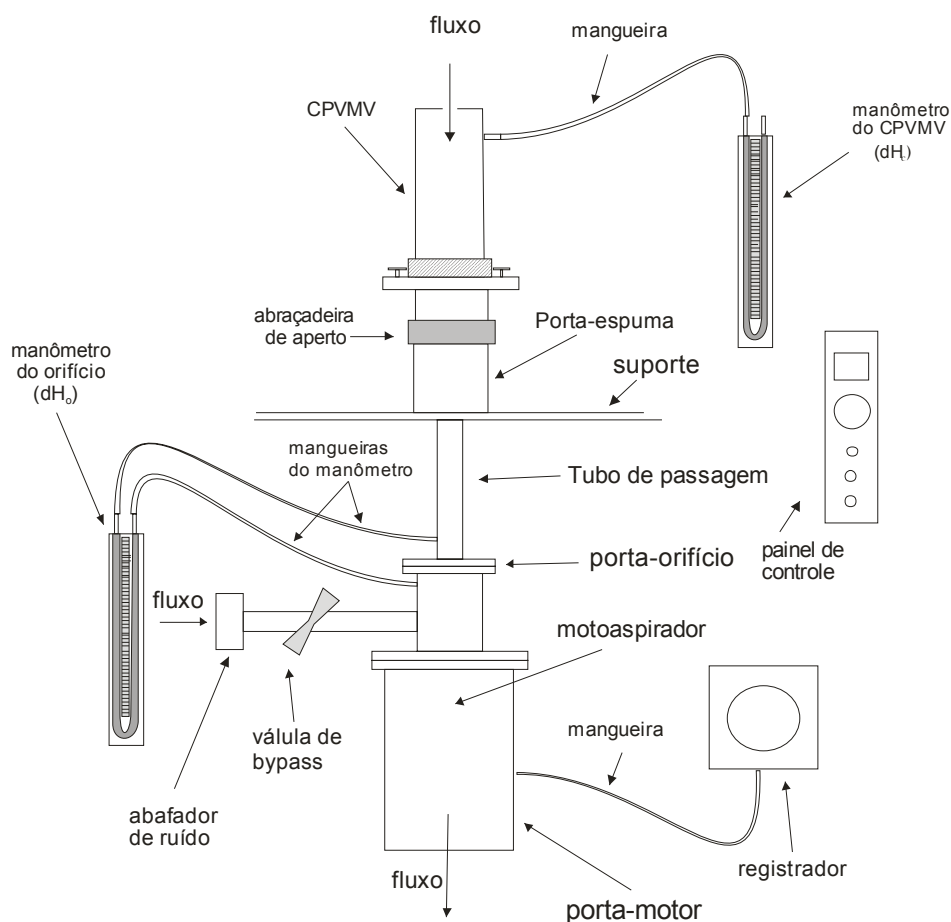



Figura 5.2 O AMOTOX com o CPVMV Montado

5.4 Passos para a Calibração

1) Anotar, no formulário de calibração (Figura 5.1), os seguintes dados iniciais:

- Identificação do amostrador
- Data do registro
- Nome do executante
- Nome do conferencista
- Identificação do amostrador
- Identificação do manômetro do amostrador
- Local da calibração
- Data e hora da calibração
- Dados ambientais: pressão barométrica
- Dados ambientais: temperatura ambiente
- Identificação do CPVMV
- Data da última calibração do CPVMV
- Dados da calibração do CPVMV: valores de a_1, b_1 e r_1
- Local e data da calibração do amostrador

2) Colocar então a placa de resistência Nº 14 sobre a sede circular da placa adaptadora. Nota: As normas pedem que se comece a calibração com a placa com o maior número de furos. Em seguida, monte o copo de orifício sobre a placa de resistência, apertando-o com sua rosca de acoplamento. Nota: Não instalar filtro no porta-filtro nem espuma no cartucho durante a calibração.

3) Ligar o amostrador e deixá-lo funcionar por 5 min, para que o sistema atinja equilíbrio térmico.

4) Dar então início ao levantamento dos valores “para cima' e “para baixo” da pressão diferencial no manômetro do calibrador (dH_c) e da pressão diferencial no manômetro do orifício (dH_o) para as cinco placas de resistência.

Atenção: Sempre faça as leituras “para cima” e “para baixo” (a partir do zero da escala) e anote-as no formulário de registro. Abstenha-se de somá-las. Deixe a soma para a planilha de cálculo. Lembre-se que anotando as leituras “para cima e “para baixo', você está permitindo que alguém confira as leituras e verifique a soma delas (dH_c total e dH_o total). O zeramento da escala não é crítico, visto que não afeta a soma das leituras.

5) Registrar, no formulário, as leituras “para cima” e “para baixo” de dH_c (cm H_2O) indicadas no manômetro do calibrador para a placa nº 14 (já instalada). Anotar as leituras na Coluna (2) do formulário.

7) Igualmente, registrar, no formulário, as leituras “para cima” e “para baixo” de dH_o (cm H_2O) indicadas no manômetro do orifício para a placa nº 14 (já instalada). Anotar as leituras na Coluna (3) do formulário.

8) Desligar o motor.

9) Mudar a placa de resistência para uma com o próximo número de furos em ordem decrescente (nº 13).

10) Anotar, na Coluna (2) do formulário, os valores “para cima” e “para baixo” da pressão diferencial no manômetro (dH_c) para a placa 13.

11) Anotar, na Coluna (3) do formulário, os valores “para cima” e “para baixo” da pressão diferencial no manômetro (dH_o) para a placa 13.

12) Desligar o motor.

13) Repetir os passos 9,10,11 e 12 para as três placas restantes (nº 11, nº 9 e nº 8).

14) Com os valores "para cima" e "para baixo" de dH_c e dH_o anotados no formulário para as cinco placas, inserir os dados na planilha fornecida pela ENERGÉTICA (ver Figura 5.3).

A planilha de cálculo da Figura 5.3 realiza os seguintes cálculos:

1) Calcula a temperatura ambiente em K (graus Kelvin), somando a leitura da temperatura em °C (graus Celsius) ao valor 273.

2) Utiliza os valores de dH_c da Coluna 2 da tabela e determina os valores intermediários da Coluna 3, pela equação:

$$\sqrt{dH_c\left(\frac{P_2}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_2}\right)}$$

3) Prossegue, utilizando os valores da Coluna 3, calculando Q_p para as 5 placas, pela equação:

$$Q_p = \frac{1}{a_1}\left[\sqrt{dH_c\left(\frac{P_2}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_2}\right)} - b_1\right] \qquad \text{(Eq. 5.1)}$$

Na Equação 5.1, são utilizados os parâmetros da reta de calibração do CPVMV, ou sejam, a inclinação a_1, o intercepto b_1 e a correlação r_1. Estes valores são obtidos com o CPVMV (ver detalhes no Apêndice E).

Os valores de Q_p são registrados na Coluna 4. Q_p corresponde ao X da reta de calibração.

4) Em seguida, para cada placa, corrige o valor da pressão diferencial no manômetro pela expressão

$$dH_o\sqrt{_o\left(\frac{P_2}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_2}\right)}$$

e digita na Coluna (6) da planilha.

5) Por fim, partindo da equação da reta mostrada na Eq. 5.2, a planilha determina, por egressão linear os valores da inclinação (a_2) e do intercepto (b_2).

$$dH_o\sqrt{\left(\frac{P_2}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_2}\right)} = a_2 Q_p + b_2 \qquad \text{(Eq. 5.2)}$$

Nota: Os valores de a_2 e b_2 são o resultado da calibração.

Caso tenha dificuldade de utilizar o próprio software Excel do seu micro, o usuário pode montar seu próprio programa em Excel, orientando-se pelas equações apresentadas no Ap. F.

Após a apresentação da planilha, cabe ao usuário verificar se cada ponto está dentro dos limites de linearidade (± 5 %). **Nota**: Uma maneira alternativa à metodologia acima para a

AMOTOX - GERAÇÃO DA RELAÇÃO DE CALIBRAÇÃO	Número:	0011/09
Planilha de Cálculo	Data:	15/10/09
	Executante:	Aldo
	Confer.:	José

DADOS DO EQUIPAMENTO

AMOTOX	ATX-0002	MANÔMETRO	M40-0082

DADOS GERAIS

Local:	Energética	Data:	15/10/09	Hora:	13:15

DADOS AMBIENTAIS

Pressão atmosférica durante a calibração: P_2(mmHg): 755,9

Temperatura ambiente durante a calibração: T_2(°C): 27 T_2(K): 300

Identificação dos padrões de presão e temperatura:

Barômetro n°	BAR-002	Data de validade:	04/08/10
Termômetro n°	TER-009	Data de validade:	28/10/10

DADOS DO CALIBRADOR PADRÃO DE VAZÃO (CPV):

Identificação:: CPVMV-0034 Última calibração: 09/08/09

Relação de calibração (da regressão linear):

Inclinação a_1: 16,7550 Intercepto b_1: -0,0400 Correl. r_1: 0,9990

TABELA DE DADOS E RESULTADOS:

	dHc (no orifício do copo)			(X)	dHo (no orifício do AMOTOX)			(Y)
N	p/cima	p/baixo	total	Qp	p/cima	p/baixo	total	
Placa	cmH_2O			m^3/min	cmH_2O			**
15	10,8	11,0	21,8	0,2794	3,6	3,4	7,0	6,9578
13	10,6	10,7	21,3	0,2762	3,4	3,3	6,7	6,6596
11	9,3	9,4	18,7	0,2589	3,1	2,9	6,0	5,9638
9	8,8	8,9	17,7	0,2520	2,9	2,8	5,7	5,6656
8	6,4	6,6	13,0	0,2163	2,2	2,1	4,3	4,2741

Para cálculo de Q_p na Coluna 4:)

$$Q_p(CPV) = \frac{1}{a_1}\left(\sqrt{dH_c\left(\frac{P_2}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_2}\right)} - b_1\right)$$

Nova Relação de Calibração do CVV

$$Y = a_2 X + b_2, \quad onde \quad X = Q_p \quad e \quad Y = dH_o\sqrt{\left(\frac{P_2}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_2}\right)}$$

Inclinação da reta (a_2): 41,4012

Intercepto da reta (b_2): -4,7171

Fator de correlação (r_2): 0,9977

Para cálculos posteriores da vazão do amostrador

$$Q_p = \frac{1}{a_2}\left(dH_o\sqrt{\left(\frac{P_3}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_3}\right)} - b_2\right)$$

Ass. Executante

Ass. Conferencista

Figura 5.3 Planilha de Cálculo Excel – Geração da Relação de Calibração do AMOTOX (com exemplo)

verificação dos limites de linearidade consiste em determinar o fator de correlação r e considerar correta a relação de calibração apenas quando $r > 0{,}99$.

A vazão, Q_p, nas amostragens, é dada pela Equação 5.3.

$$Q_p = \frac{1}{a_2}\left[dH_o \sqrt{\left(\frac{P_3}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_3}\right)} - b_2 \right] \qquad \text{(Eq. 5.3)}$$

onde:

Q_p = vazão volumétrica em condições padrão indicada pelo CPVMV, m^3/min
dH_o = pressão diferencial no manômetro, cm H_2O
P_3 = pressão barométrica durante a amostragem, mm Hg
T_3 = temperatura ambiente durante a amostragem, K (K = °C + 273)
a_2 = inclinação da relação de calibração do AMOTOX
b_2 = interseção da relação de calibração do AMOTOX

5.5 Periodicidade da Calibração

O **AMOTOX** deve ser recalibrado nas seguintes instâncias:

- No recebimento do amostrador pelo cliente
- Após manutenção do motoaspirador (inclusive nas trocas de escovas)
- Toda vez que houver alteração no manômetro (ex.: vazamento)
- Toda vez que houver alteração na válvula de bypass (ex.: frouxa ou manuseada inadvertida-mente)
- Após deslocamento do amostrador para um outro local de amostragem
- Ou outra alteração significativa qualquer no sistema

6.0 OPERAÇÃO

6.1 Preliminares

1) O amostrador pode ser operado, dependendo do método de amostragem, por períodos variados, inclusive de 24 horas, a fim de se obter concentrações médias dos poluentes em suspensão.

2) Deve-se registrar os horários de início e de término de funcionamento do amostrador, assim como as condições do tempo durante a amostragem. As concentrações no ar podem variar com a hora do dia, temperatura, umidade, direção e velocidade dos ventos e outras condições climatológicas.

3) Para o cálculo da vazão média (Q_p) durante a amostragem com o **AMOTOX**, tem-se que conhecer a temperatura ambiente média (T_3) e a pressão barométrica média (P_3) durante o período de amostragem.

4) Deve-se fazer leituras da vazão no início e no fim de cada período de amostragem. A vazão considerada para amostragem é obtida tirando-se a média das vazões inicial e final.

5) As escovas do motor, bem como o próprio motor, devem ser inspecionadas frequentemente e trocados antes que se desgastem totalmente.

6) Deve-se, antes de cada amostragem, verificar se o amostrador foi previamente calibrado. Verificar se a calibração está dentro do prazo de validade. Caso contrário, calibrar conforme o Capítulo 5.0.

6.2 Preparação do Módulo de Amostragem

1) Afrouxar os 4 manípulos de aperto do porta-filtro e remover a moldura de aperto.

2) Instalar um filtro de fibra de vidro, com 102 mm de diâmetro, limpo, na tela do filtro, e mantê-lo apertado com a moldura de aperto. Apertar uniformemente.

3) Afrouxar a abraçadeira de aperto do porta-filtro. Levantar todo o porta-filtro, permitindo que se veja o tôpo do cartucho de vidro no interior do seu módulo.

4) Aproveitar que o porta-filtro esteja removido para checar a junta de borracha alojada na sua extremidade inferior. Nota: esta junta serve para aperto sobre o cartucho de vidro.

5) Retirar o cartucho de vidro do seu módulo e checar o anel o-ring no fundo do módulo. Trocar o o-ring caso esteja danificado.

6) Instalar um tarugo de poliuretano (ou combinação de tarugos de poliuretano e sólidos granulares como visto na Figura 6.1) no cartucho de vidro. Recolocar o porta-filtro sobre o módulo do cartucho e apertar com a abraçadeira de aperto. Apertar com moderação!

7) O cartucho de vidro e o filtro de fibra de vidro devem ser retirados do amostrador com a ajuda de forceps e com as mãos protegidas com luvas, e imediatamente colocados num recipiente fechado para transporte ao laboratório. Ao serem instalados o papel de filtro e a armadilha de vapor (espuma), todo o cuidado deve ser tomado para evitar que se contaminem.

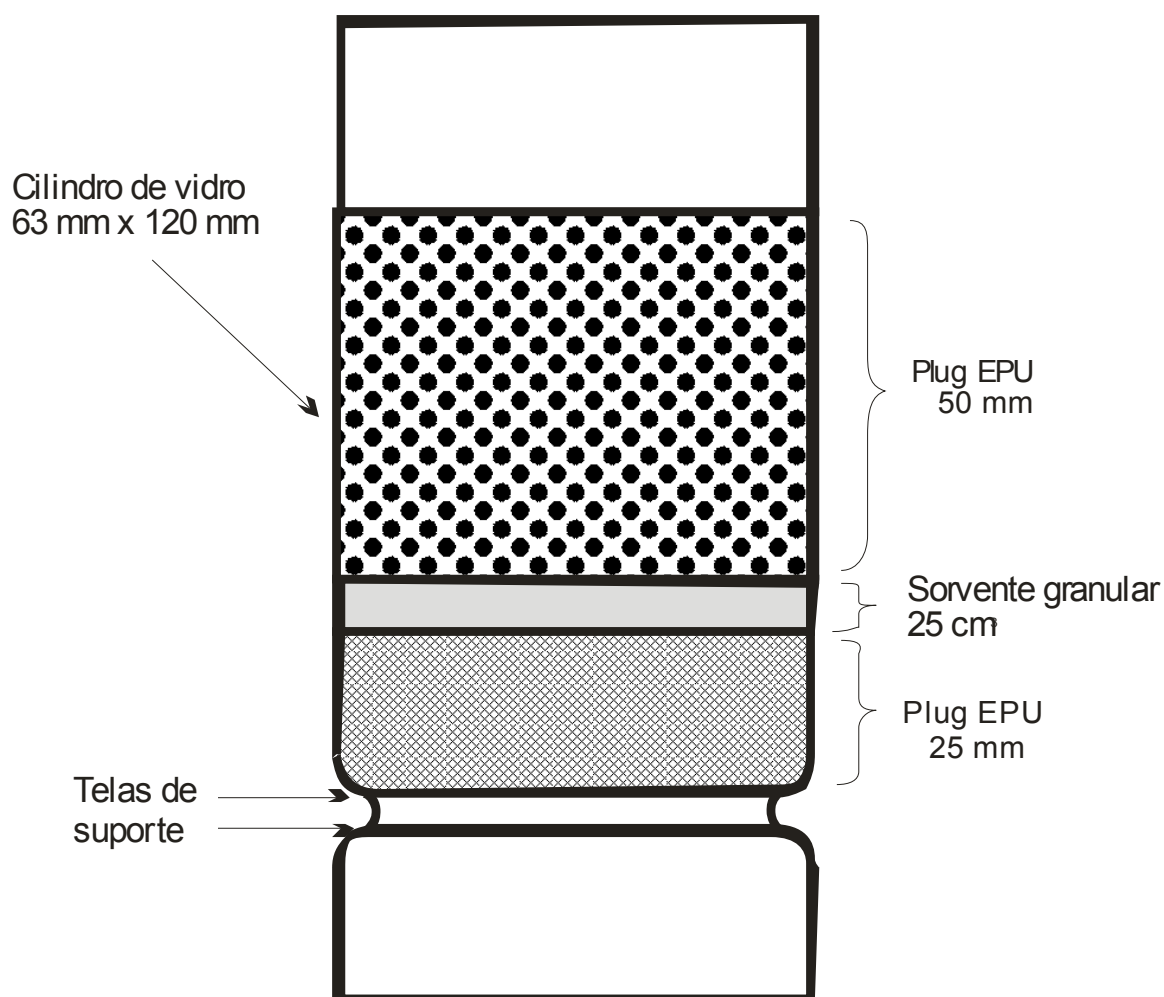



Figura 6.1 Armadilha Dupla de Vapor Sorvente

6.3 Operações de Amostragem

6.3.1 Considerações sobre Temperatura e Pressão

Para cálculo da vazão média (Q_p) durante a amostragem com o **AMOTOX**, tem-se que conhecer a temperatura ambiente média (T_3) e a pressão barométrica média (P_3) durante o período de amostragem.

6.3.2 Material para o Campo

Juntar e levar o seguinte material para o campo:

- Pré-filtro,
- Tarugo (ou tarugos) de espuma de poliuretano
- Formulário de campo (Ver Figuras 6.2a e 6.2b),
- Caneta, papel extra para anotações e uma prancheta,
- Chave de fenda e outras ferramentas eventualmente necessárias.

AMOTOX – AMOSTRAGEM

Formulário de Registro de Dados

Número:	*09/005*
Data:	*29/10/09*
Executante:	*José*
Conferencista:	*Maria*

DADOS DO EQUIPAMENTO

AMOTOX N°	*ATX-0002*	MANÔMETRO N°	*M40-0082*

LOCAL E PERÍODO DE AMOSTRAGEM

Local:	*Energética*	N° estação	*E1*
Período nominal de amostragem:	*24* horas		
Período de amostragem: Data – início:	*29/10/09*	Data – final:	*30/10/09*
Hora – início:	*23:59*	Hora – final:	*23:59*

DADOS AMBIENTAIS

Pressão barom. média (P_3 ou P_s):		mmHg	Temp. média (T_3 ou T_s):		ºC
Pressão barom. CONAMA (P_p):	760	mmHg	Temp. CONAMA (T_p):	25	ºC

Nota: os valores médios acima podem ser obtidos de uma estação meteorológica

DADOS DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO DO AMOSTRADOR

Data da última calibração: 15/10/09

a_2 =	*41,4012*	b_2 =	*-4,7171*	r_2=	*0,9977*

DADOS (LEITURAS) DO CAMPO

Pressão diferencial no manômetro (cm H_2O):

Inic. (dH_{oi}):		Final (dH_{of}):	
p/cima	p/baixo	p/cima	p/baixo
2,4	2,4		

Leitura do horâmetro (h/100): Inícial: *53,73* Final:

DADOS DA ESPUMA E DO FILTRO

Identificação da espuma de poliuretano:	
Identificação do pré-filtro:	

CONTROLE DA QUALIDADE

	Sim		Não	
Amostrador recalibrado conforme programação?	Sim	*X*	Não	
A vazão se manteve na faixa de 200 a 300 L/min?	Sim		Não	
Traçado da pena na carta indicando anormalidade?	Sim		Não	

OBSERVAÇÕES

Ass. Executante

Ass. Conferencista

Figura 6.2a Formulário de Registro de Dados – Amostragem com o AMOTOX (com dados iniciais)

6.3.3 No Campo, Antes da Amostragem

1) Inspecionar o amostrador e checar a fonte de energia.

2) Instalar o filtro e a espuma.

2) Ligar o amostrador e, após 3 minutos, fazer as leituras “para cima’ e “para baixo” do manômetro (dH_{oi}). Anotá-las na Figura 6.1a. Em seguida, desligar o amostrador.

3) Acertar a hora do timer (se necessário) e fazer a programação

5) Anotar, no formulário de campo (Figura 6.1), os seguintes dados iniciais:

* Identificação do **AMOTOX**,
* Local do **AMOTOX**,
* Data da última calibração do **AMOTOX,**
* Identificação do filtro,
* Identificação do tarugo de poliuretano
* Leitura inicial do horâmetro,
* Dados da última calibração do **AMOTOX**

Veja, na Figura 6.1a, a folha de campo preenchida com os dados iniciais do campo.

6.3.4 No Campo, Após a Amostragem

1) Ao retornar ao local de amostragem para recolher o filtro e a espuma, não se esqueça de levar o seguinte material:

* Invólucros protetores para o filtro e espuma,
* Formulário de campo com os dados iniciais (Figura 6.1a),
* Miscelânea (prancheta, material de limpeza etc.)

2) Antes de recolher o filtro e a espuma, ligar o **AMOTOX** por 3 minutos e fazer as leituras “para cima’ e “para baixo” do manômetro (dH_{of}). Anotá-las na Figura 6.1a. Em seguida, desligar o amostrador.

3) Recolher o filtro e a espuma e colocá-los nos respectivos invólucros protetores.

4) Observar as condições nas proximidades do local de monitoramento e registrar quaisquer atividades incomuns que possam ter afetado a amostragem.

5) Anotar, no formulário de campo (Figura 6.1a), os seguintes dados:

* Término da amostragem,
* Leituras finais do manômetro,
* Leitura final do horâmetro,
* Condições da amostragem, inclusive eventuais anormalidades nas cercanias.

Ver, na Figura 6.1b, como fica a folha de campo após preenchida com os dados pós-amostragem.

6) Levar o filtro e a espuma para o laboratório e entregá-los ao responsável pela guarda das amostras.

AMOTOX – AMOSTRAGEM Formulário de Registro de Dados	Número:	09/005
	Data:	29/10/09
	Executante:	José
	Conferencista:	Maria

DADOS DO EQUIPAMENTO

AMOTOX N°	ATX-0002	MANÔMETRO N°	M40-0082

LOCAL E PERÍODO DE AMOSTRAGEM

Local:	Energética	N° estação	E1

Período nominal de amostragem: *24* horas

Período de amostragem:	Data – início:	29/10/09	Data – final:	30/10/09
	Hora – início:	23:59	Hora – final:	23:59

DADOS AMBIENTAIS

Pressão barom. média (P_3 ou P_s): *756* mmHg Temp. média (T_3 ou T_s): *27* ºC

Nota: os valores médios acima podem ser obtidos de uma estação meteorológica

Pressão barom. CONAMA (P_p): 760 mmHg Temp. CONAMA (T_p): 25 ºC

DADOS DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO DO AMOSTRADOR

Data da última calibração: 15/10/09

a_2 = *41,4012* b_2 = *-4,7171* r_2= *0,9977*

DADOS (LEITURAS) DO CAMPO

Pressão diferencial no manômetro (cm H_2O):

Inic. (dH_{oi}):		Final (dH_{of}):	
p/cima	p/baixo	p/cima	p/baixo
2,4	2,4	2,6	2,6

Leitura do horâmetro (h/100): Inícial: *53,73* Final: *77,73*

DADOS DA ESPUMA E DO FILTRO

Identificação da espuma de poliuretano:

Identificação do pré-filtro:

CONTROLE DA QUALIDADE

	Sim		Não	
Amostrador recalibrado conforme programação?	Sim	X	Não	
A vazão se manteve na faixa de 200 a 300 L/min?	Sim	X	Não	
Traçado da pena na carta indicando anormalidade?	Sim		Não	X

OBSERVAÇÕES

Não houve qualquer evento incomum durante a amostragem

Ass. Executante   Ass. Conferencista

Figura 6.2b Formulário de Registro de Dados – Amostragem com o AMOTOX (com dados completos)

7.0 CÁLCULOS

7.1 Cálculo do Volume de Ar

O volume de ar amostrado é dado por:

$$V_p = Q_{pm}\ t \qquad \text{(Eq. 7.1)}$$

onde:

V_p = volume de ar amostrado em condições padrão, m^3.
Q_{pm} = vazão média deslocada pelo **AMOTOX**, em condições padrão, m^3/min.
t = tempo decorrido da amostragem, medido com o horâmetro, min.

A vazão média, Q_{pm}, é a média das vazões calculadas no início e no fim da amostragem, em função, respectivamente, das leituras do manômetro (dH_o) anotadas.

As vazões Q_p, no início e no fim da amostragem, são determinadas a partir da curva de calibração do **AMOTOX** (ver exemplo na Figura 5.3) pela equação de regressão.

$$Q_p = \frac{1}{a_2}\left(dH_o \sqrt{\left(\frac{P_3}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_3}\right)} - b_2 \right) \qquad \text{(Eq. 5.3)}$$

onde

dH_o = pressão diferencial (lida no manômetro), cmH_2O
P_3 = pressão barométrica média durante a amostragem, mmHg
P_p = 760 mmHg
T_p = 298 K
T_3 = temperatura ambiente média durante a amostragem, K
a_2 = inclinação da reta de calibração do amostrador
b_2 = interseção da reta de calibração do amostrador.

No exemplo da Figura 5.3, a_2 = 41,4012 e b_2 = -4,7171

Para facilidade dos cálculos, a ENERGÉTICA fornece uma planilha de cálculo (Excel). Ver Fig. 7.1, completa, com os dados retirados do formulário de registro da Fig. 6.2b.

7.2 Concentrações

Para cálculo da concentração (C_p) de interesse do usuário, a equação tem a forma genérica abaixo.

$$C_p = \frac{M}{V_p} \qquad \text{(Eq. 7.2)}$$

A quantidade *M* (do numerador) depende do poluente medido e do respectivo método de amostragem. Para isso, o usuário terá que consultar os respectivos métodos TO listados no Capítulo 9.0.

AMOTOX - AMOSTRAGEM Planilha de Cálculo	
Número:	**09/005**
Data:	**29/10/2009**
Digitador:	**José**
Conferenciasta:	**Maria**

DADOS DO EQUIPAMENTO

AMOTOX N° **ATX-0002** **MANÔMETRO N°** **M40-0082**

LOCAL E PERÍODO DE AMOSTRAGEM

Local: **Energética - Rio** N° Estação: **E1**

Período nominal de amostragem: **24** horas

Período de amostragem	Data-início:	**29/10/09**	Data-final:	**30/10/09**
	Hora-início:	**23:59**	Hora-final:	**23:59**

DADOS AMBIENTAIS

Pressão barom. Média (P_m ou P_s): **756** mmHg Temp.média (T_m ou T_s) **27** °C

Pressão barom. CONAMA (P_p): **760** mmHg **25** °C

DADOS DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO DO AMOSTRADOR

Data da última calibração ou verificação: **15/10/2009**

Parâmetros da reta de calibração: a_2 **41,4012** b_2 = **-4,7171** r_2 = **0,9977**

DADOS (LEITURAS) DO CAMPO

Pressão diferencial no manômetro (cm H_2O):

Inicial (dH_{oi}):			Final (dH_{of}):		
p/cima	p/baixo	total	p/cima	p/baixo	total
2,3	2,3	4,6	2,6	2,6	5,2

Leitura do horâmetro: Inicial: 53,73 Final: 77,73

DADOS DA ESPUMA E DO FILTRO

Identificação da espuma de poliuretano:

Identificação do pré-filtro:

CÁLCULOS

Pressão diferencial média (dH_o), em cm H_2O [(dH_o) = (dH_{oi} + dH_{of})/2]	=	**4,9**
Vazão média nas condições padrão (Q_p), em m^3/min [Ver Eq. 5.3)	=	**0,228**
Período de amostragem (t), em minutos	=	**1440**
Volume nas condições padrão (V_p), em m^3, [V_p=(Q_p)(t)]	=	**327,63**
Nota: Para cálculo das concentrações consultar o respectivo método TO (ver referências no Capítulo 9.	=	

CONTROLE DA QUALIDADE

Q_p entre 0,2 e 0,3 m^3/min?	Sim	**X**	Não	
Amostrador calibrado conforme programação?	Sim	**X**	Não	
Registrador de eventos acusou alguma anormalidade?	Sim		Não	**X**
Algum evento incomum durante a amostragem?	Sim		Não	**X**

OBSERVAÇÕES

Assinatura do digitador

Assinatura do conferencista

Figura 7.1 Planilha de Cálculo (Excel) da Amostragem com o AMOTOX (com exemplo)

8.0 MANUTENÇÃO

8.1 Motoaspirador (Figura 8.1)

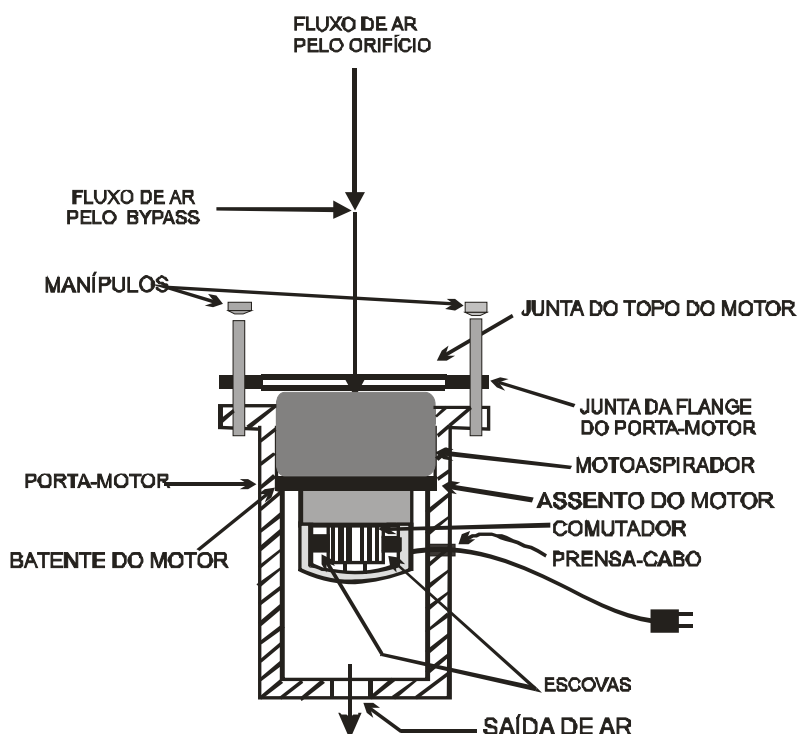



Figura 8.1 O Conjunto Motoaspirador

Algumas considerações importantes, antes de entrar no procedimento de manutenção do motor:

- Tanto o comutador (coletor) quanto as escovas do motor sofrem, por centelhamento entre e-les, um desgaste natural quando em uso. É imperativo, a fim de evitar não só riscos de dano ao motor como também perdas de amostragem, que o usuário os troque antes que se desgas-tem totalmente. Para isso, o usuário deve estabelecer uma programação de manutenção pre-ventiva. Uma programação conservadora é:

Escovas:	troca a cada 500-600 horas
Comutador(coletor):	**troca a cada 1.500-1.800 horas**

- Pode-se tentar obter maior rendimento do motor e das escovas, mas, para isso, ter-se-á que acompanhar visualmente o desgaste dos mesmos, o que implica remover periodicamente o motor do porta-motor. Este processo é trabalhoso, mas traz o benefício de tornar o usuário familiarizado com o processo de desgaste do coletor e das escovas. Ele poderá, por exemplo, em cada inspeção, examinar o comprimento restante das escovas. Nota: A ENERGÉTICA re-comenda trocar as escovas tão logo seu comprimento (do grafite) se reduza a menos de 3 mi-límetros.

- Outros fatores importantíssimos no prolongamento das vidas úteis do coletor e das escovas são a tensão (voltagem) em serviço do motor e os cuidados com o coletor e as escovas duran-te as trocas destas. Para a tensão, o ideal seria que os valores nominais (120 V ou 220 V, pa-ra os motores fornecidos pela ENERGÉTICA) não fossem ultrapassados durante a amostra-gem. Os cuidados que o usuário deverá ter por ocasião das trocas das escovas estão descri-tos nos procedimentos apresentados ainda nesta subseção.

- Aconselha-se ao usuário a não tentar, após desgaste total do coletor, repará-lo ou trocá-lo. Dificilmente o coletor poderá ser reparado. Nem sua troca por um original é aconselhável, visto que o motor se desbalanceia com o uso, não permitindo mais obter-se bom rendimento do coletor e das escovas de reposição. Em suma, o motor deverá ser simplesmente descartado após desgaste total de seu coletor.

- Muitos usuários são impactados pelos desgastes usuais do motor e de suas escovas. Entretanto, este fato tem que ser encarado e recomendamos acostumar-se com a idéia de que o motor e as escovas de reposição, devido à regularidade com que se desgastam, comportam-se como material de "consumo" - e não como material de "reposição"-. De fato, caso o usuário faça um levantamento do custo de uma amostragem, deverá chegar à conclusão de que a participação do motor e das escovas no custo total é comparável ou mesmo menor do que a de filtros, cartas e penas.

Após as considerações acima, o usuário poderá então proceder com a manutenção do motor:

1. Desconecte o plugue do motor de sua tomada e solte o porta-motor, afrouxando os quatro manípulos de alumínio, certificando-se de que a junta do topo do motor não caia. Em seguida, afrouxe o prensa-cabo, soltando o cabo elétrico, e retire o motor de dentro do porta-motor. Se for necessário levar o motor para uma bancada, tem-se, antes de tirar o motor do porta-motor, de desconectar o plugue do cabo elétrico, a fim de que o cabo passe todo pelo furo.

2. Aproveite para verificar se assento do motor está gasto. Caso esteja, substitua-o.

3. Apoiando o motor na bancada, desparafuse, com uma chave phillips, as abraçadeiras das escovas e solte-as. Cheque o comprimento das escovas (do grafite). Caso já estejam totalmente gastas (menos que 3 mm), troque-as por novas. **<u>Nota</u>**: Sempre troque ambas. Reponha as abraçadeiras.

4 Cheque também o coletor. Caso não esteja completamente gasto ou não seja ainda a hora de trocar o motor (segundo programação preventiva), limpe-o. Para isso, utilize um estilete para, cuidadosamente, remover limalha ou outras impurezas incrustadas nas fendas do coletor e passe uma lixa d'água fina para limpar a superfície do coletor. Se for o caso, troque o motor por outro completamente novo.

5. Caso as escovas tenham sido trocadas, amacie-as, antes de colocar o motor de volta no porta-motor. O amaciamento tem como objetivo obter máximo desempenho (vida útil) do motor e das escovas. Com o amaciamento, reduz-se significativamente o centelhamento, e consequentemente o desgaste adicional das escovas, que ocorreria nos primeiros momentos de operação caso as escovas não fossem amaciadas. O procedimento de amaciamento consiste em operar o motor com voltagem reduzida a 50 % por pelo menos 30 minutos. Visto ser difícil realizar a operação de amaciamento com o motor instalado no amostrador, ela deve ser feita com o motor na bancada. A redução da voltagem pode ser obtida com um regulador de potência ou com um variac. Caso não possua nenhum desses instrumentos, o usuário poderá ligar o motor em série com outro similar.

   <u>Atenção</u>: A aplicação da voltagem plena no motor, logo após a troca de escovas, causará centelhamento acentuado, danos no comutador e, consequentemente, redução da vida útil.

6 Coloque o motor de volta no porta-motor, assegurando-se de que o assento do motor (em boas condições) esteja devidamente assentado no interior do porta-motor. Ajuste o cabo elétrico pelo furo lateral do porta-motor e então aperte o prensa-cabo. Se necessário, reponha o plugue no cabo elétrico.

7 Certificando-se de que a junta do topo do motor (em boas condições) esteja sobre o motor, acople o porta-motor, com o motor, à flange. Os quatro parafusos prisioneiros do porta-motor devem ficar devidamente enfiados nos respectivos furos da flange. Aperte então os manípulos de aperto uniformemente, de modo que o motor fique alojado, sem vazamentos, contra sua junta. Certifique-se de que cada parafuso esteja com sua arruela correspondente e de que os manípulos não vão afrouxar com a vibração do amostrador. Encaixe o plugue elétrico do motor na sua tomada correspondente.

8.2 Porta-Filtro

Inspecione, a cada período de amostragem, a tela do filtro e a junta do porta-filtro. Remova quaisquer depósitos na tela do filtro e substitua as juntas, se necessário.

8.3 Painel de Controle (Figura 8.2)

No painel, encontram-se instalados, de cima para baixo, o horâmetro, o timer, a chave liga-desliga, o sinaleiro e o porta-fusível. Caso ocorra defeito em algum desses componentes, o usuário deverá remover o painel do interior da casinhola, afrouxando-se seus dois parafusos de fixação. Com o painel removido, o usuário terá uma boa visão do circuito elétrico por trás. Ver Fig. 8.2. Detalhes técnicos do timer e do horâmetro podem ser vistos nos Apêndices A e B, respectivamente.

8.4 Registrador de Eventos

Certifique-se, quando for fazer amostragem, de que a pena do registrador está deixando traço na carta. Verifique se o motor de giro está funcionando e se não há quebras e dobras na mangueira do registrador. Verifique a porta do registrador e veja se está vedando bem; caso não esteja, mande trocar a junta. Maiores detalhes técnicos do registrador podem ser vistos no Apêndice C.

8.5 Manômetro

Periodicamente, inspecione as mangueiras de conexão do manômetro com os adaptadores de pressão da placa de orifício e veja se não há quebras e dobras. Verifique o fluido e veja se não há necessidade de completá-lo. Nota: Utilize água destilada e, se possível, deionizada, com um corante para dar contraste na leitura. Certifique-se de que o fluido mantém-se com densidade 1,0.

Com as torneiras do manômetro abertas, instale um pedaço de mangueira em uma delas e sopre suavemente, verificando se o fluido se movimenta livremente. Em seguida, feche uma das torneiras e sopre pela outra. Verifique então se os níveis do fluido se mantêm estáveis sob a pressão do sopro. Caso não se mantenham, procure os pontos de vazamento e elimine-os.

8.6 Cabos Elétricos e Conexões

Deve-se, a cada amostragem, verificar se não há quebras e dobras nos cabos elétricos e se não há conexões expostas. Não deixe que cabos e tomadas fiquem imersos n'água. Se necessário, levante os cabos acima do solo e prenda-os, com fita, nas pernas da casinhola.

8.7 Condicionamento dos Cartuchos (Porta-espumas)

A espuma de poliuretano é um material sorvente ativo, seja ou não utilizada em amostragem ativa. É também rapidamente degradada por luz ultravioleta. Os produtos de degradação são extraíveis por solventes usados para extrair ao analitos desejados. É portanto importante que novos cartuchos sejam limpados antes do uso, e que sejam, posteriormente, protegidos o máximo possível contra a luz. Para limpar um cartucho, coloque-o num extrator Soxhlet, e limpe-o com acetona "refluxing" por pelo menos 24 horas, a uma taxa de 4 ciclos por hora. Coloque-o num forno de vácuo e seque-o por 2-4 horas sob vácuo (aspirador d'água), até que nenhum cheiro de solvente seja detectado. Envolva-o numa folha de alumínio lavada com hexana, coloque-o num jarro limpo

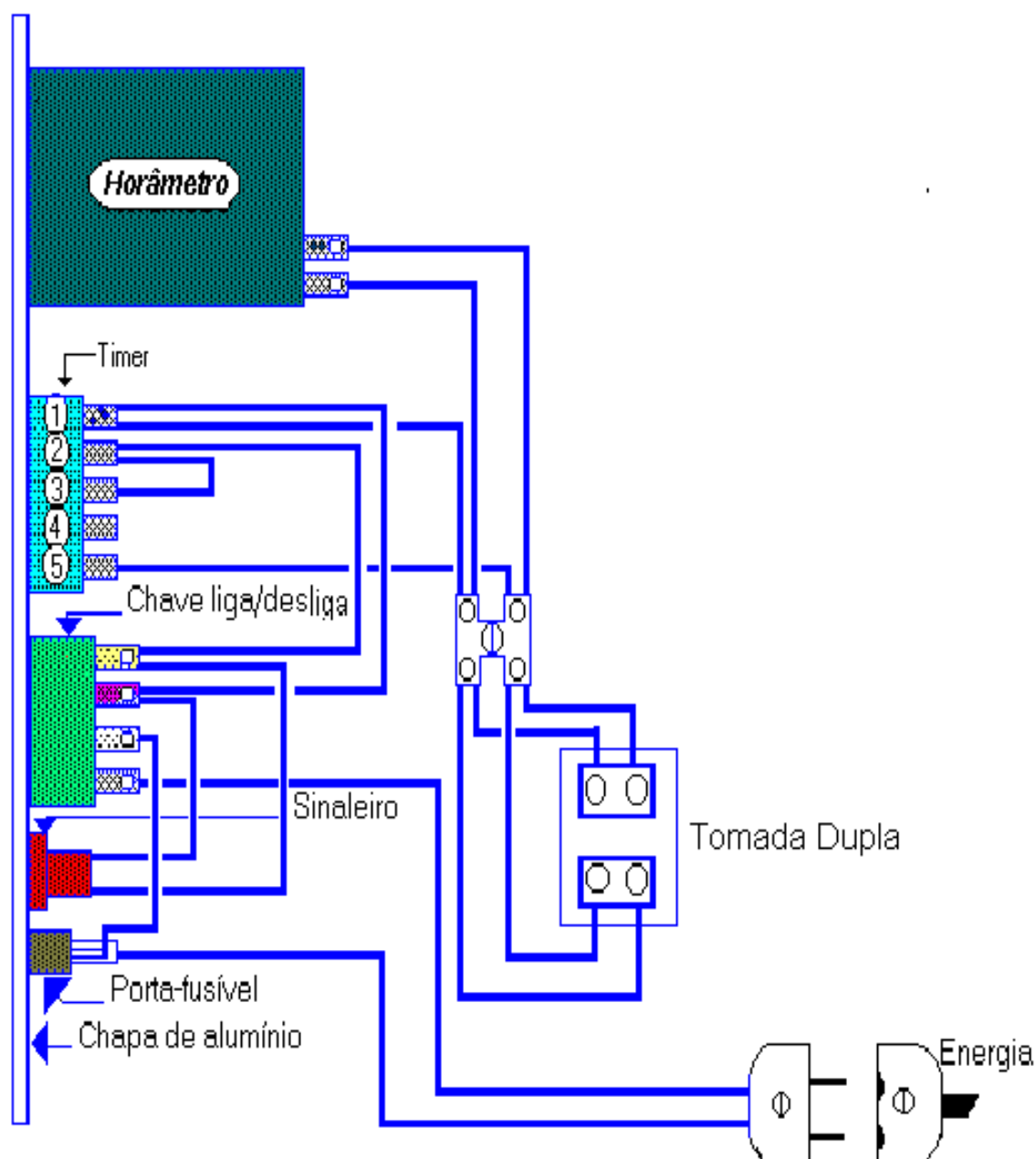



Figura 8.2 Circuito Elétrico do Painel de Controle

e bem vedado, com identificação apropriada, e conduza-o para o local de amostragem dentro do jarro. No fim da amostragem, recoloque-o, bem como seu filtro correspondente, no jarro marcado, envolvido na mesma folha de alumínio, e mantenha-o refrigerado até que seja analisado. Cartuchos previamente usados podem ser limpados para reutilização pelo mesmo procedimento

8.8 Material de Consumo e Peças de Reposição

Porta-filtro/porta-espuma

Descrição	Código
Cartucho (porta-espuma), de vidro, com tela de inox Espuma de poliuretano, de 25,4 mm (1 polegada)	EPU100 EPU1
Espuma de poliuretano, de 50,8 mm (2 polegadas)	EPU2
Espuma de poliuretano, de 76,24 mm (3 polegadas)	EPU3
Filtro de fibra de vidro, 102 mm, pacote com 100	E55102MM
Filtro de fibra de quartzo, 102 mm, pacote com 50	EQTZ102MM
Junta da moldura de aperto do filtro (borracha)	EPU310
Manípulos de aperto (alumínio) (4 por conjunto)	PFM-307
O-ring do porta-espuma	EPU103
Tela do porta-espuma, de inox	EPU101

Porta-motor

Descrição	Código
Assento do motor (alumínio e borracha)	PFM-312
Junta da flange do porta-motor (borracha)	PMF-320
Manípulos de aperto (alumínio) (4 por conjunto)	PFM-307
Porta-motor, cilíndrico, com parafusos de inox e prensa-cabo	PFM-302

Placa de Orifício

Descrição	Código
Espigão da tomada de pressão (latão)	EPU-323
Mangueira de tomada de pressão	EPU-327

Motoaspirador

Peça	Referência ENERGÉTICA
Motor 110 V	LAMB311
Motor 220 V	LAMB312
Escova para motor LAMB311	ESCO308 ou ESCO384
Escova para motor LAMB312	ESCO923

Painel de controle

Peça	Referência ENERGÉTICA
Painel de controle (completo)	PNLTG1 (110 V) ou PNLTG2 (220 V)
Horâmetro	PNT-3011 (110 V) ou PNT-3012 (220 V)
Timer programável 7 dias, digital	PNT-2011 (110 V) ou PNT-2012 (220 V)
Chave liga-desliga	PNT-202
Porta-fusível	PNT-204
Sinaleiro (led)	PNT-2031 (110 V) ou PNT-2032 (220 V)

Registrador contínuo, manômetro e calibrador padrão

Peça	Referência ENERGÉTICA
Registrador completo	RP4QI1 (110 V) ou RP4QI2 (220 V)
Carta gráfica (caixa c/ 100)	DIN20E
Pena (caixa c/ 6)	PEN0011 (preta)
Mangueira do registrador	RP4-231
Manômetro de coluna d'água, com 400 mm	MAN40CM
Kit de calibração para médio volume, completo (com CPV, placa adaptadora, 5 placas de resistência, mangueira, manômetro de 400 mm e estojo)	CPVMV
Líquido para manômetro (frasco com 50 ml)	MNU-117

9.0 REFERÊNCIAS

- Mark A. Cogan and James P. Lodge, Jr. Operating Manual - The Wedding & Associates' Polyurethane Foam Organic Toxics Sampler. Fort Collins, CO, August 1992

- Thermo Andersen. Operator Manual – Polyurethane Foam (PUF) Sampler. Smyrna, GA.

- USEPA (1984), Compendium Method TO-4, Method for the determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls in ambiente air. Quality Assurance Division, Environmental Monitoring Systems Laboratory, United States Environmental Protection Agency, Reasearch Triangle Park, NC 27711, April, 1984

- USEPA (1984), Compendium Method TO-9, Method for the determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs) in ambiente air using high-resolution gas chromatography/high-resolution mass spectrometry (HRGC/HRMS). Quality Assurance Division, Environmental Monitoring Systems Laboratory, United States Environmental Protection Agency, Reasearch Triangle Park, NC 27711, September, 1986

- USEPA (1984), Compendium Method TO-13, Determination of benzo(a)pyrene and other polynuclear aromatic hydrocarbons (PAHs) in ambiente air using gas chromatographic (GC) and high performance liquid chromatographic (HPLC) analysis. Quality Assurance Division, Environmental Monitoring Systems Laboratory, United States Environmental Protection Agency, Reasearch Triangle Park, NC 27711, May, 1988

APÊNDICE A

PROGRAMADOR DE TEMPO
(TIMER DIGITAL)

1.0 INTRODUÇÃO

O timer digital serve para ligar e desligar automaticamente o amostrador. É de alta precisão. Com ele pode-se programar o liga-desliga do amostrador em qualquer dia, hora e minuto da semana. O aparelho compreende basicamente um CLOCK (relógio) e um TIMER (programador de tempo). A idéia é primeiramente acertar o dia da semana, a hora e o minuto no CLOCK e depois programar o TIMER conforme o desejado.

2.0 DESCRIÇÃO

O timer permite oito programações (com 14 combinações cada), através de cinco teclas frontais, diariamente ou por grupos de dias (segunda a sexta, sábado e domingo e segunda a domingo). Uma bateria no instrumento provê uma reserva de energia de pelo menos um ano. O timer digital tem um canal de saída e permite RESET (retorno ao estado zero). O timer tem formato redondo, com cerca de 62 mm de diâmetro. No painel há sete teclas, um display em cristal líquido (LCD) e um sinaleiro LED. As teclas são identificadas no painel por símbolos ou pelos termos:

- RESET (zeramento da memória)
- ON (liga)
- AUTO (automático)
- OFF (desliga)
- CLOCK (relógio)
- TIMER (programação)
- DAY (dia)
- HOUR (hora)
- MIN (minuto)
- MANUAL (acionamento manual do relé de saída)

Nos display pode-se ler dados do CLOCK (dia da semana, hora, minuto e segundo) e dados do TIMER (dia da semana, hora e minuto).

3.0 DADOS TÉCNICOS

Alimentação.............................120/240 V		Bateria CR2032 (descartável).......220 mA/h
Corrente.................................10/15 A		Duração (teórica) bateria..............5 anos
Freqüência.............................50/60 Hz		Faixa de temp. em operação........0 - 60 °C
Capacidade.......................Até 2.500 VA		Display.......................................LCD
Consumo..................................10 W		Sinaleiro....................................LED
Núm. de programações.............Até 8		Peso..0,15 g
Intervalo mín. entre programações..1 min.		

4.0 INSTALAÇÃO

O timer digital é instalado no painel do amostrador. O esquema de ligação é apresentado na traseira do instrumento.

5.0 RESET

O reset do timer, ou seja, o retorno ao estado zero tanto do CLOCK quanto do TIMER, é realizado pressionando-se a tecla RESET. Como a tecla é pequena, de borracha e rebaixada, recomenda-se usar um objeto fino, porém não muito pontudo, para acioná-la. Na realidade, necessita-se mesmo acionar o RESET apenas em um caso:

- Quando se quer esvaziar o CLOCK e as programações do TIMER. Caso se queira apenas corrigir os dados do CLOCK ou de um determinado programa do TIMER, o RESET torna-se desnecessário. Basta apenas partir do que estiver programado no clock e no timer.

6.0 LIGA, DESLIGA E AUTOMÁTICO

O timer permite três modos de operação para uma carga programável:

- Ligado (ON)
- Desligado (OFF)
- Acionamento automático (AUTO)

Seleciona-se um desses modos com a tecla MANUAL. Ao se acionar a tecla MANUAL, um indicador logo acima da tecla, na forma de um tracinho horizontal, pula da direita para a esquerda, ou vice-versa, posicionando-se, da esquerda para a direita, no ON (liga), AUTO (automático) e OFF (desliga). Na posição AUTO, com o tracinho logo acima da palavra AUTO, o timer ligará e desligará conforme programação pré-estabelecida. A programação do timer deve ser sempre realizada com o instrumento na posição OFF (desligado).

Finalmente, recomenda-se, ao colocar-se o timer no AUTO, sempre trazer o tracinho da posição OFF para a posição AUTO. Nunca, portanto, da posição ON para a AUTO, a não ser que se queira deixar o amostrador já ligado; neste caso, apenas o OFF fica programado.

7.0 PROGRAMAÇÃO

7.1 Para Acertar o Clock (Relógio)

Dia da semana

- Mantendo a tecla CLOCK pressionada, acione a tecla DAY. O dia da semana (MO, TU, WE, TH, FR, SA ou SU) aparecerá no display em letras bem pequenas sobre os dígitos e mudará para o próximo cada vez que se acionar a tecla DAY.

- Caso segure as teclas CLOCK e DAY, simultaneamente, por mais de três segundos, o dia da semana saltará para o próximo mais rapidamente.

- Solte ambas as teclas quando o dia desejado estiver indicado no display.

Notar que os dias da semana estão em inglês: MO (segunda), TU (terça), WE (quarta), TH (quinta), FR (sexta), SA (sábado) e SU (domingo).

Hora

- Mantendo a tecla CLOCK pressionada, acione a tecla HOUR. A hora do dia (0 a 23) mudará para a próxima cada vez que se acionar a tecla HOUR.

- Caso segure as teclas CLOCK e HOUR, simultaneamente, por mais de 3 segundos, a hora do dia saltará mais rapidamente.

- Solte ambas as teclas quando a hora desejada estiver indicada no display.

Minuto

- Mantendo a tecla CLOCK pressionada, acione a tecla MIN. O minuto da hora (0 a 59) mudará para o próximo cada vez que se acionar MIN.

- Caso segure as teclas CLOCK e MIN, simultaneamente, por mais de 3 segundos, o minuto saltará mais rapidamente.

- Solte as teclas quando o minuto desejado estiver indicado no display.

Nota: Ao se acertar o dia da semana e o horário, os segundos reiniciarão do zero automaticamente.

Com o clock acertado, passa-se à programação do timer.

7.2 Para Programar o Timer

- Aperte e solte a tecla TIMER para entrar na programação do timer. Aparece então o número “1” à esquerda, no display, com ON logo acima em letras bem pequenas. Isto indica que se pode programar o instante do início da energização da carga programável no programa 1. Lembrar que o aparelho permite 8 programações.

- Acione a tecla DAY para selecionar o dia da semana (MO, TU, etc.)

- Há 14 combinações que se pode escolher para os dias da semana em cada um dos 8 programas:

- MO (segunda)	- SA + SU
- TU (terça)	- MO + WE + FR
- WE (quarta)	- TU + TH + SA
- TH (quinta)	- MO + TU + WE
- FR (sexta)	- TH + FR + SA
- SA (sábado)	- MO + TU + WE + TH + FR + SA
- SU (domingo)	- MO + TU + WE + TH + FR + SA + SU

Para escolher qualquer das programações da lista acima o operador deverá acionar a tecla DAY sucessivamente até aparecer o grupo de dias desejado. A seqüência se dá conforme acima.

Nota: A última combinação, por exemplo, significa que a operação liga-desliga se repete uniformemente em todos os dias da semana. A oitava combinação significa que a operação liga-desliga será feita somente nos sábados e domingos.

- Acione a tecla HOUR para escolher a hora.
- Acione a tecla MIN para escolher o minuto.
- Após acertar o dia da semana, a hora e o minuto para ON (liga) no programa 1, aperte e solte a tecla TIMER para programar o OFF (desliga) ainda no programa 1.

Aparece então o OFF em cima do número “1”, novamente em letras pequenas.

- Repita os passos 2, 3 e 4 acima para programar o dia, a hora e o número do OFF (desliga).
- Após programar os instantes de ON (liga) e OFF (desliga) no programa 1, repita, se for necessário, os passos 1 a 6 para os programas 2 a 6.
- Acione a tecla MANUAL e mova o tracinho (que deve estar na posição OFF) para a posição AUTO.

Nota: Quando for programar para início imediato, sugere-se programar o início (ON) do timer para 3 minutos mais tarde, tempo suficiente para se fazer toda a programação. E é só esperar um pouquinho, que o usuário verá seu amostrador ligar, iniciando o funcionamento programado.

8.0 BATERIA

A programação realizada no timer é guardada em memória protegida por bateria. Utilizar bateria CR-2032. Quando esta estiver com sua carga reduzida, um mensagem aparece no visor, indicando que a bateria deve ser substituída. Teoricamente, a bateria dura 5 anos. Entretanto, a ENERGÉTICA recomenda trocá-la a cada ano.

O acesso à bateria é feito por trás do timer.

APÊNDICE B

HORÂMETRO

1.0 INTRODUÇÃO

O horâmetro instalado no amostrador serve para medir, com precisão, o tempo de amostragem. É também útil na determinação do tempo acumulado do uso do motor e de suas escovas, facilitando a realização de um programa de manutenção preventiva.

2.0 DESCRIÇÃO

O horâmetro é eletromecânico, sendo acionado por um micromotor síncrono de elevada precisão. Quando acionado, o micromotor movimenta o conjunto de dígitos legíveis, indicando o tempo de funcionamento do sistema. A contagem é progressiva e cumulativa, isto é, não retorna ao zero (não resseta).

O modelo instalado vem com 7 dígitos, com indicação de 1/100 da hora. **Atenção**: Tem-se que converter de centésimo (1/100 da hora) para minuto (1/60 da hora).

O instrumento, em caixa própria de 48 x 48 mm, é instalado no painel de comando do amostrador, logo acima do timer.

3.0 DADOS TÉCNICOS

Escala		Decimal (%)
Alimentação		110 ou 220 Vca
Freqüência		60 Hz
Consumo		2,0 VA
Temp. ambiente		0 a 60 °C
Exatidão da leitura		0,001 %
Leitura máxima		99999,99 Hora

4.0 INSTALAÇÃO

O horâmetro é instalado no painel de controle do amostrador. Ver circuito de instalação na seção sobre manutenção.

5.0 OPERAÇÃO

O horâmetro é ligado em paralelo ao motoaspirador. Portanto, seu acionamento é concomitante com o do motor.

6.0 CALIBRAÇÃO

Conforme a NBR 13412, o horâmetro não deve apresentar erro de leitura superior a ± 15 min. num período de 24 horas. A EPA é mais rígida, pois exige que o desvio máximo do horâmetro seja ± 2 min. em 24 horas. Acima disso, ele deve ser reparado ou substituído. A EPA recomenda que o horâmetro seja checado a cada 6 meses contra um cronômetro padrão de comprovada exatidão, seja no local de amostragem, seja no laboratório.

APÊNDICE C

REGISTRADOR CONTÍNUO

1.0 INTRODUÇÃO

O registrador utilizado no amostrador serve para verificar, continuamente, se não houve irregularidades no desempenho do amostrador durante o período de amostragem.

O aparelho registra durante o período de pressão e funciona da seguinte maneira: o motoaspirador do amostrador força todo o ar amostrado através do orifício inferior do cilindro de fibra de vidro que contém o próprio motoaspirador. Portando, no terço inferior do cilindro gera-se uma pressão positiva que é função direta da vazão de amostragem, Uma mangueira une a tomada de pressão (espigão) do cilindro ao registrador, transmitindo a pressão no cilindro a um fole selado dentro do registrador. O fole, por sua vez, ao se expandir, causa a deflexão de uma pena sobre uma carta gráfica, deixando nesta um traçado durante o tempo de amostragem.

O registrador conta com um motor AC sincrônico que faz girar a carta uma volta em 24 horas.

2.0 DADOS TÉCNICOS (MODELO RP4Q)

ALIMENTAÇÃO	120 ou 240 V/60 Hz
CONSUMO	3,7 W (p/120 V)
GIRO	1 ROTAÇÃO/24 HORAS
FAIXA DE PRESSÃO	0-250 mm H_2O
INSTALAÇÃO (TIPO)	PAINEL
DIMENSÕES DO GABINETE	185 X 170 X 117 mm
PESO	1,0 Kg

3.0 COMPONENTES

O registrador conta com os seguintes componentes:

1. Porta
2. Junta da porta
3. Visor de vidro
4. Junta do visor
5. Fecho
6. Dobradiça
7. Painel
8. Carta
9. Eixo movimentador da carta
10. Parafuso de ajuste do zero
11. Parafuso de aperto do ajuste
12. Guia da carta
13. Clip de referência do tempo
14. Haste da pena
15. Pena descartável
16. Pivô da haste da pena
17. Alavanca levantadora da pena
18. Parafuso de montagem
19. Caixa externa
20. Parafuso de aperto haste pena
21. Parafuso do terra
22. Adaptador da mangueira

Ver localização dos componentes na Figura D.1.

4.0 INSTALAÇÃO

O registrador é fixado, através de 4 parafusos, no painel inferior do **AMOTOX**. A mangueira de tomada de pressão que vem do porta-filtro é encaixada no adaptador (espigão) localizado na face inferior do registrador. A energização do registrador se dá através de seu cabo flexível, cujo pino é inserido na tomada inferior localizada na lateral do painel de controle. O funcionamento do registrador é comandado pelo timer, concomitantemente com o do motoaspirador e do horâmetro.

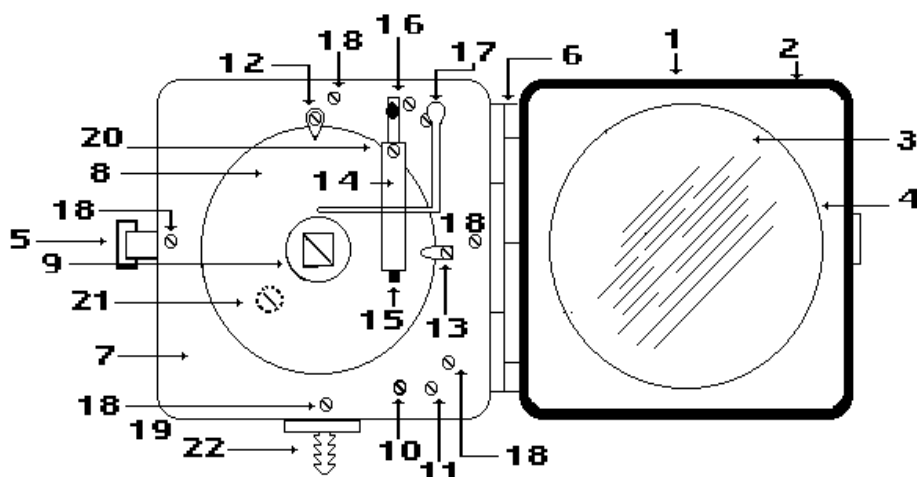



Figura D.1 Localização dos Componentes no Painel e Porta do Registrador

5.0 PENA

O registrador vem equipado com uma pena. A pena consiste em uma ponta fibrosa e porosa e uma carga de tinta. O conjunto pode ser trocado com facilidade. Quando acabar a tinta, simplesmente substitua a pena por outra nova.

5.1 Para que a Pena Comece a Escrever

- Levante a pena acionando a alavanca levantadora;
- Retire a tampa protetora da pena;
- Coloque um pedaço pequeno de papel embaixo da ponta da pena;
- Movimente o papel em contato com a ponta e veja se a pena deixa traço (se for preciso, molhe um pouquinho a ponta);
- Caso a pena não deixe traço, troque-a.

5.2 Para Trocar a Pena

- Levante a pena acionando a alavanca levantadora;
- Cuidado para não dobrar demais a haste da pena, pois pode deformá-la;
- Pegue a pena, próximo à ponta, com o polegar e o indicador, e solte a pequena cinta que abraça a extremidade da haste;
- Jogue fora a pena usada;
- Pegue uma nova pena, coloque-a na extremidade da haste, certificando-se de que a meia-lua desta encosta no corpo cilíndrico da ponta porosa da pena;
- Aperte a cinta da nova pena em volta da extremidade da haste:
- Feito isto, verifique se a pena está traçando bem na carta;
- É importante certificar-se de que a pressão da pena na carta é adequada. Caso seja demasiada, a pena se move com atrito demais e portanto não responde prontamente às variações na tomada de pressão do registrador. Por outro lado, caso seja leve demais, a pena pode se comportar como "louca" ou mesmo não deixar traçado nenhum;
- Caso a pressão seja demasiada ou leve demais, corrige-se isto removendo-se a haste da pena do seu parafuso) e dobrando-a para o lado pertinente até que ela comece a permanecer dobrada (ao atingir sua zona plástica). Caso não consiga da primeira vez, tente novamente, até conseguir uma pressão adequada.

6.0 TROCA DE CARTAS

O instrumento só permite o uso de cartas circulares, de papel com firmeza apropriada e com rasgos especiais para fácil instalação. A carta é forçada a girar pela ferragem especial situada no eixo de movimentação. Para instalar uma carta nova:

- Levante a pena usando a alavanca levantadora.
- Deslize a carta por baixo da pena e, uma vez centrada, gire-a até que o furo central se encaixe na ferragem no eixo.
- Deslize as bordas da carta por baixo da guia e do clip indicador de tempo.
- Empurre a carta toda contra a base.
- Com uma chave de fenda, gire o conjunto até acertar o tempo apropriadamente, alinhando o indicador na carta com o clip indicador de tempo.
- Certifique-se de que nada possa impedir o livre giro da carta.

7.0 AJUSTE DO ZERO

Posiciona-se a pena no zero da carta movimentando-se o parafuso especial, com indicação AJUSTE ZERO, localizado no "sudeste" do painel. A pena então se movimenta para a esquerda ou para direita, conforme o sentido de giro do parafuso. Antes de movimentar o parafuso AJUSTE ZERO, afrouxe o parafuso APERTO AJUSTE. Após obter o zero, reaperte o parafuso APERTO AJUSTE. Recomenda-se sempre manter o parafuso APERTO AJUSTE apertado. Toda essa operação do ajuste deve ser feita lentamente e com cuidado. Devido ao atrito com a carta, a pena pode sofrer resistência para vencer os últimos milímetros até chegar à sua posição de equilíbrio. Isto pode dificultar um pouco o ajuste da pena no zero. Deste modo, recomenda-se dar umas tapinhas no registrador a fim de que a pena chegue rapidamente à sua posição de equilíbrio.

8.0 MANUTENÇÃO

8.1 <u>Inspeção de Recebimento</u>

Ao receber seu equipamento realize uma inspeção para conferir se o registrador não sofreu quebra e/ou maltrato no transporte. Verifique se o vidro não foi quebrado ou se a caixa externa não foi danificada. Um teste simples para verificar rapidamente se o registrador está funcionando consiste em primeiro lugar abrir a porta frontal e baixar a alavanca levantadora da pena e depois soprar suavemente na mangueira de tomada de pressão e verificar se a pena se movimenta com a pressão exercida.

8.2 <u>Instruções Gerais</u>

O registrador foi projetado especificamente para o presente uso, sendo um aparelho confiável e que requer pouca manutenção. Obviamente, deixá-lo cair ou deixá-lo exposto a excessos de vibração, calor ou voltagem não é recomendável e pode causar-lhe sérios danos. O registrador que sofrer danos deve ser enviado de volta à **ENERGÉTICA** para conserto, ajuste e ajuste.

8.3 <u>Troca de Peças</u>

Existem algumas peças que podem ser trocadas no local de uso, como, por exemplo, a porta com o visor e junta, haste da pena, a alavanca levantadora da pena etc. Em caso de dúvida, solicitamos entrar em contato com a **ENERGÉTICA** para maiores informações. Recomendamos porém enviar o registrador completo para troca de peças e reajuste.

APÊNDICE D

CALIBRAÇÃO DO PROGRAMADOR DE TEMPO (TIMER)

Apresenta-se, neste anexo, o procedimento recomendado pela US EPA para a calibração do timer:

1. Monte o sistema segundo o esquema da Figura D.1.
2. Ligue o timer numa tomada elétrica.
3. Acerte o relógio do timer para a hora correta.
4. Programe o timer para um período de 24 horas.
5. Ligue uma lâmpada de teste numa das saídas do timer e o horâmetro numa outra.
6. Verifique o sistema, operando, manualmente, a chave liga-desliga.
7. Deixe o sistema funcionar pelo período de 24 horas e determine o período decorrido com o horâmetro. Caso o período medido esteja dentro de 24 h ± 15 minutos, o timer é aceito para uso no campo; caso contrário, veja o que há de errado. Caso não consiga eliminar o problema, rejeite o timer.

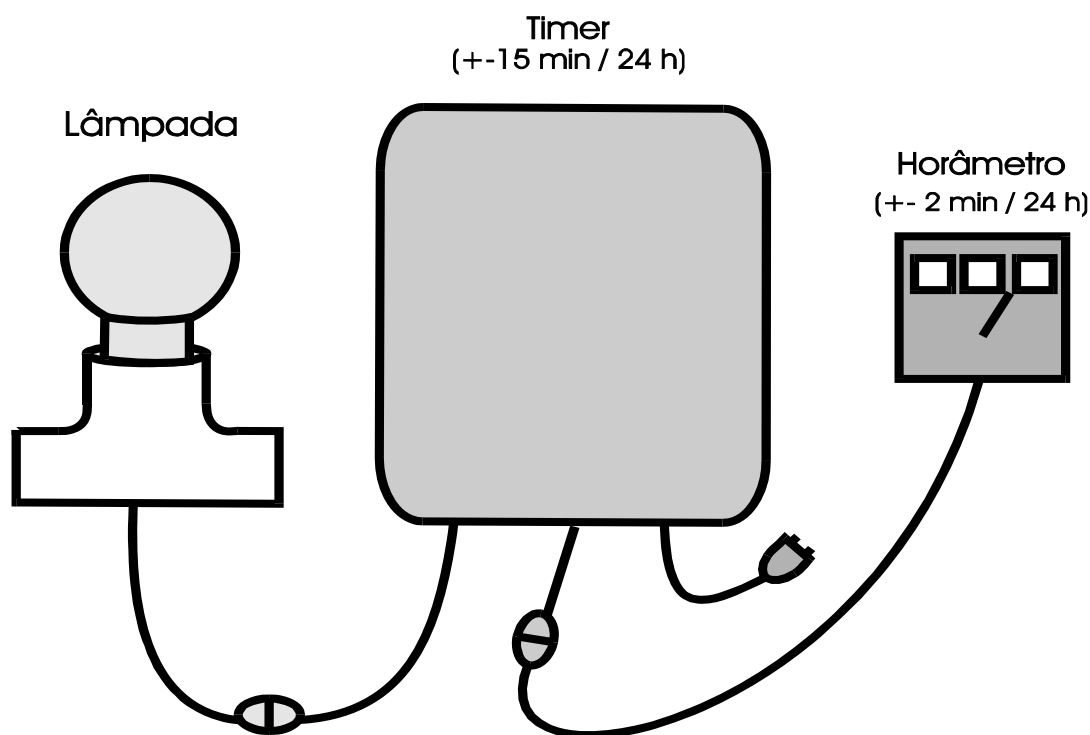



Figura D.1 Esquema de Calibração do Timer

APÊNDICE E

CALIBRAÇÃO DO CPVMV

1.0 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A certificação do CPVMV consiste em levantar, seja em condições reais de temperatura e pressão, seja corrigidas para condições padrão (25 °C e 760 mm Hg), uma relação (geralmente uma reta) entre vazão (Q_a ou Q_p) e perda de carga (dH_c) através do orifício do CPVMv. Faz-se a calibração do CPVMV com um padrão secundário, do tipo Roots, chamado de Medidor Padrão de Volume (MPV). Ver Figura E.1

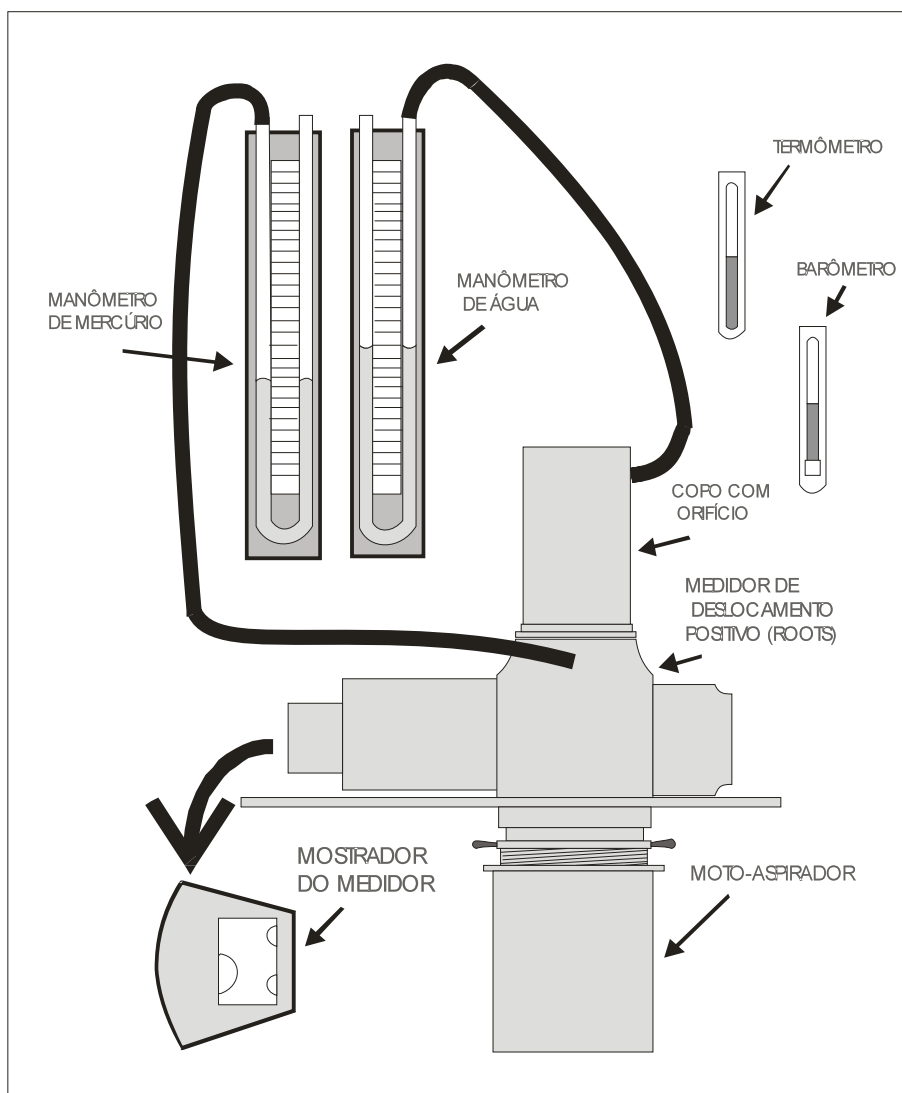



Figura E.1 Esquema de Calibração do CPVMV

2.0 EQUAÇÕES DO CPV

O CPVMV é calibrado tanto para as condições reais quanto para condições padrão. Para ambas as condições, ver as respectivas retas abaixo: reta) abaixo,

$$\sqrt{dH_c\left(\frac{T_a}{P_a}\right)} = a_1\left(Q_a\right) + b_1 \qquad \text{(Eq. E.1)}$$

e

$$\sqrt{dH_c\left(\frac{P_1}{760_1}\right)\left(\frac{298}{T_1}\right)} = a_1\left(Q_p\right) + b_1 \qquad \text{(Eq. E.2)}$$

Utilizando-se regressão linear (técnica dos mínimos quadrados), determina-se a inclinação (a_1), o intercepto (b_1) e o coeficiente de correlação (r_1) da relação de certificação.

Nota: Conforme recomendação da Andersen, o fator de correlação (r_1) deve ser $\geq$ 0,99 para que a calibração seja válida. Caso $r_1 < 0{,}99$, refaça os cálculos e, se necessário, repita o procedimento de calibração.

Para uso subseqüente do CPVMV nas calibrações dos amostradores, calcule Q_a e Q_p a partir das relações de calibração abaixo (obtidas por explicitação de Q_a e Q_p, respectivamente, nas Equações E.1 e E.2 acima):

- Para vazão em condições reais:

$$Q_a = \frac{1}{a_1}\left(\sqrt{dH_c\left(\frac{T_a}{P_a}\right)} - b_1\right) \qquad \text{(Eq. E.3)}$$

onde:
Q_a = vazão volumétrica em condições reais indicada pelo CPVMV, m^3-padrão/min.
dH_c = perda de carga através do orifício do CPVMV, cm H_2O
T_a = temperatura ambiente durante a calibração do amostrador, K (K = °C + 273)
P_a = pressão barométrica no local da calibração do amostrador, mm Hg
a_1 = inclinação da relação de calibração do CPVMV
b_1 = intercepto da relação de calibração do CPVMV

- Para a vazão em condições padrão:

$$Q_p = \frac{1}{a_1}\left(\sqrt{dH_c\left(\frac{P_2}{760}\right)\left(\frac{298}{T_2}\right)} - b_1\right) \qquad \text{(Eq. E.4)}$$

onde:
Q_p = vazão volumétrica em condições padrão indicada pelo CPVMV, m^3-padrão/min.
dH_c = perda de carga através do orifício do CPVMV, cm H_2O
P_2 = pressão barométrica durante a calibração do amostrador, mm Hg
T_2 = temperatura ambiente durante a calibração do amostrador, K (K = °C + 273)
a_1 = inclinação da relação de calibração do CPVMV
b_1 = intercepto da relação de calibração do CPVMV

3.0 PERIODICIDADE DE CALIBRAÇÃO DO CPVMV

O CPVMV deve ser calibrado na sua aquisição e, subsequentemente, em intervalos de um ano. Os copos com orifício do CPV devem ser inspecionados visualmente antes de cada aplicação. Sinais de amassaduras no orifício implica recalibração ou mesmo sucateamento do copo.

4.0 CERTIFICADO EM EXCEL EMITIDO PELA ENERGÉTICA

A Figura E.2 mostra exemplar de um certificado em Excel emitido pela ENERGÉTICA. O certificado é constituído de 4 páginas.

ENERGÉTICA INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA.
LME - Laboratório de Metrologia da Energética
Rua Gravataí, 99 - Rocha - CEP.:20975-030 - Rio de Janeiro/RJ
Tel. (21) 2501-1998 - Fax: (21) 2241-1354
Site: www.energetica.ind.br

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO (CALCPVMV)

Número:	CPV-MV-006/07	Data de emissão:	03/12/07

DADOS DO CLIENTE

SoliXxxxxx xxxxx	
Encxxxx-xxxx	nta Cruz - Rio de Janeiro - RJ
CEI*****-000	-900
Serviço:	Calibração de Calibrador Padrão de Vazão (CPV) na faixa de 0,16 a 0,4 m^3/min

CARACTERÍSTICAS DO SISTEMA DE MEDIÇÃO A CALIBRAR

Equipamento:	Calibrador Padrão de Vazão (CPVMV)		
Modelo:	Tipo Orifício	Identificação:	CPVMV-0027

DADOS DA CALIBRAÇÃO

Data de recebimento:	21/11/07	Temperatura:	23,6 ± 0,5 °C
Data da calibração:	29/11/07	Pressão barométrica:	756,9 ± 0,5 mmHg
Local da calibração:	LME	AS:	1110

• Procedimentos técnicos: Parágrafo 4.8.2 da Norma ABNT, NBR 9547 (Set. 1997) e Parágrafo 5.6.3 da Norma ABNT, NBR 13412 (Jun. 1995).

EQUIPAMENTOS/PADRÕES UTILIZADOS

• Os equipamentos e padrões utilizados estão relacionados em tabela na Página 4/4.

NOTAS

• Os procedimentos de calibração aqui empregados obedecem os métodos pertinentes da ABNT e da US EPA (vide referências na Página 4/4). As notações aqui utilizadas são as da ABNT.

• Os resultados desta calibração compreendem a faixa de vazão de 0,16 a 0,4 m3/min; portanto, são adequados tanto para o Amostrador de Partículas Portátil – Handi-Vol – ENERGÉTICA quanto para o Amostrador PUF ANDERSEN.

• Neste certificado, os resultados da calibração (uma relação normalmente representada por uma reta) são apresentados tanto para condições-padrão como para condições reais. Condições-padrão, conforme a Resolução 3 do CONAMA, são aquelas para 25 *C (298 K) e 760 mm Hg.

• As incertezas expandidas relatadas neste certificado são baseadas em incertezas padronizadas combinadas multiplicadas por um fator de abrangência k= 2,776, fornecendo um nível de confiança de aproximadamente 95 %. As incertezas-padrão de medição foram determinadas de acordo com a publicação EA-4/02.

• Este certificado é válido somente para o equipamento calibrado e seus resultados se condicionam a situações aceitáveis de transporte, uso e condicionamento. Alteração de seu conteúdo dependerá de prévia autorização deste Laboratório.

CALIBRADO POR:	APROVADO POR:	PÁGINA
Alex Ramos de Oliveira Técnico de laboratório	José Walderley Coêlho Dias Gerente Técnico	1/4

Figura E2 (1) Certificado de Calibração do CPVMV Emitido Formalmente pela ENERGÉTICA

ENERGÉTICA INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA.
LME - Laboratório de Metrologia da Energética
Rua Gravataí, 99 - Rocha - CEP.:20975-030 - Rio de Janeiro/RJ
Tel. (21) 2501-1998 - Fax: (21) 2241-1354
Site: www.energetica.ind.br

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO (CALCPVMV)

Número: CPV-MV-006/07 **Data de emissão:** 03/12/07

VALORES MEDIDOS

Tensão (Volts)	t (segundos)	dHc (cm H2O)	dP (mm Hg)	Vm (m^3)
20	711,7	8,4	6,0	2,00
25	543,7	14,7	10,0	2,00
30	456,3	19,9	14,0	2,00
35	415,3	24,7	17,0	2,00
40	368,0	30,6	20,0	2,00
45	326,0	38,1	25,0	2,00

Nota 1: Os valores para tensão na Coluna 1 são medidos no voltímetro do variac do Roots. Estas tensões são previamente escolhidas de modo a se obter 6 valores para a vazão na faixa de 0,16 a 0,4 m3/min.

Nota 2: Os valores para t, dHc e dP acima são as médias de 3 conjuntos de medidas tomando-se como base sempre o volume de 2,00 m3 medido no Roots.

VALORES CALCULADOS

Tensão (Volts)	Condições Reais				Condições Padrão			
	Eixo-X		Eixo-Y		Eixo-X		Eixo-Y	
	$Q_r = \frac{v_m}{t}\left(\frac{P_1 - dP}{P_1}\right)$		$dH_{corr} = \sqrt{dH_c\left(\frac{T_1}{P_1}\right)}$		$Q_p = \frac{V_m}{t}\left(\frac{P_1 - dP}{760}\right)\left(\frac{298}{T_1}\right)$		$\Delta H_{corr} = \sqrt{\Delta H_c\left(\frac{P_1}{760}\right)\left(\frac{298}{T_1}\right)}$	
	Vazão Q_r (m³/min)	Incert. (m³/min)	dH_{corr}	Incerteza	Vazão Q_p (m³/min	Incert. (m³/min)	dH_{corr}	Incerteza
20	0,167	0,003	1,818	0,112	0,167	0,003	2,905	0,141
25	0,218	0,004	2,403	0,097	0,218	0,005	3,840	0,123
30	0,258	0,005	2,790	0,090	0,258	0,005	4,459	0,114
35	0,282	0,006	3,109	0,085	0,283	0,006	4,968	0,108
40	0,317	0,007	3,465	0,081	0,318	0,007	5,536	0,102
45	0,356	0,007	3,866	0,077	0,356	0,007	6,177	0,097

Nota 1: Para as medidas das incertezas dos valores calculados para a vazão e dHcorr foram consideradas as seguintes fontes: calibração e resolução do Medidor Roots (Vm); calibração e resolução do cronômetro (t); resolução e menisco do manômetro de coluna d'água (dHc); resolução do manômetro de mercúrio (dP); calibração e resolução do termômetro (T1); resolução do barômetro (P1)

Nota 2: Com os dados acima, o usuário poderá construir sua relação de calibração em papel milimetrado, seja para condições reais, seja para condições padrão, plotando os valores para vazão no eixo dos X (abcissa) e o valores para dHcorr no eixo dos Y (ordenada). Entretanto, o usuário tem a opção de utilizar a equação de uma reta como aproximação de relação de calibração, como é apresentado na página ¾.

CALIBRADO POR:	APROVADO POR:	PÁGINA
Alex Ramos de Oliveira Técnico de laboratório	José Walderley Coêlho Dias Gerente Técnico	2/4

Figura E.2 (2) Certificado de Calibração do CPVMV Emitido Formalmente pela ENERGÉTICA

ENERGÉTICA INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA.
LME - Laboratório de Metrologia da Energética
Rua Gravataí, 99 - Rocha - CEP.:20975-030 - Rio de Janeiro/RJ
Tel. (21) 2501-1998 - Fax: (21) 2241-1354
Site: www.energetica.ind.br

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO (CALCPVMV)

Número: CPV-MV-006/07 **Data de emissão:** 03/12/07

RELAÇÃO DE CALIBRAÇÃO (Regressão linear: $Y = a_1X + b_1$)

(Condições reais)			(Condições-padrão)		
$\sqrt{dH_c\left(\frac{T_1}{P_1}\right)} = a_1(Q_r) + b_1$			$\sqrt{dH_c\left(\frac{P_1}{760}\right)\left(\frac{298}{T_1}\right)} = a_1(Q_p) + b_1$		
Inclinação (a_1):		10,85	Inclinação (a_1):		17,323
Incerteza da medição de a_1:	±	0,447	ncerteza da medição de a_1:	±	0,714
Intercepto (b_1):		0,017	Intercepto (b_1):		0,028
Incerteza da medição de b_1:	±	0,038	ncerteza da medição de b_1	±	0,060
Correlação (r_1):		0,999	Correlação (r_1):		0,999

Obs.: As incertezas (expandidas) das medições de a1 e b1 acima forma calculadas por metodologia apresentada no Capítulo 4 da Referência 5 na Página 4/4 e são baseadas em incertezas padronizadas combinadas multiplicadas por um fator de abrangência k= 2,776, fornecendo um nível de confiança de 95 %.

PARA USO POSTERIOR NA CALIBRAÇÃO (Cálculo da vazão)

(Condições Reais)	(Condições-Padrão)
$Q_r = \frac{1}{a_1}\left(\sqrt{dH_c\left(\frac{T_2}{P_2}\right)} - b_1\right)$	$Q_p = \frac{1}{a_1}\left(\sqrt{dH_c\left(\frac{P_2}{760}\right)\left(\frac{298}{T_2}\right)} - b_1\right)$
Nota.: As incertezas das medições de vazão [U(Qr)] são de aproximadamente ± 3 % para vazões (Qr) dentro da faixa de 0,16 a 0,4 m3/min.	Nota.: As incertezas das medições de vazão [U(Qr)] são de aproximadamente ± 3 % para vazões (Qr) dentro da faixa de 0,16 a 0,4 m3/min.

EXIGÊNCIAS DE GARANTIA DA QUALIDADE (DA US EPA) PARA A CALIBRAÇÃO DO CPV

Limite de Aceitação	Freqüência e Métodos de Medição	Ação, caso requisitos não sejam satisfeitos
Vazão indicada (pela última relação de calibração) = vazão real * 2 %	Verificar, no recebimento e em intervalos de 1 ano, contra um medidor de volume padrão (MPV) do tipo deslocamento positivo (p. ex., medidor Roots). Recalibrar ou substituir a unidade de	Adotar uma nova relação de calibração.

CALIBRADO POR:	APROVADO POR:	PÁGINA
Alex Ramos de Oliveira Técnico de laboratório	José Walderley Coêlho Dias Gerente Técnico	3/4

Figura E.2 (3) Certificado de Calibração do CPVMV Emitido Formalmente pela ENERGÉTICA

ENERGÉTICA INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA.
LME - Laboratório de Metrologia da Energética
Rua Gravataí, 99 - Rocha - CEP.:20975-030 - Rio de Janeiro/RJ
Tel. (21) 2501-1998 - Fax: (21) 2241-1354
Site: www.energetica.ind.br

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO (CALCPVMV)

Número: CPV-MV-006/07 **Data de emissão:** 03/12/07

EQUIPAMENTOS/PADRÕES UTILIZADOS

Código	Equipamento	Dt. Calibr.	Dt. Venc.	Por	Nº Cert.	Rastreabilidade
CRO-003	Cronômetro digital	12/07/07	12/07/08	O.N.	010/07	LNM
MDRT-002	Medidor Roots	13/02/07	13/02/08	IPT	77300-101	CGCRE/INMETRO Nº 162
TER-009	Termômetro de Líquido em Vidro	08/05/07	08/05/08	ITUC	0117-1/07	CGCRE/INMETRO Nº 011
BAR-001	Barômetro	03/09/07	03/09/08	IFM	PR-3596/07	RBC/INMETRO Nº 059

LEGENDA

T_1	Temperatura ambiente no local e durante a calibração do CPV (K):	Q_r	Vazão volumétrica em condições reais indicada pelo CPV (m3/min)
P_1	Pressão atmosférica no local e durante a calibração do CPV (mm Hg):	dH_{corr}	Pressão diferencial corrigida
V_m	Volume, pré-fixado, indicado pelo MPV (m3)	V_p	Volume em condições-padrão indicado pelo CPV (m^3)
T_p	Temperatura nas condições-padrão (25*C + 273 = 298 K)	Q_p	Vazão volumétrica em condições-padrão indicada pelo CPV (m^3/min)
P_p	Pressão atmosférica nas condições-padrão (760 mm Hg)	a_1	Inclinação da relação de calibração do CPV
t	Tempo medido (min) correspondente a Vm	b_1	Intercepto da relação de calibração do CPV
dHc	Pressão diferencial no CPV (cm H2O)	r_1	Fator de correlação da relação de calibração do CPV
dP	Pressão diferencial no MPV (mm Hg)	T_2	Temperatura ambiente no local e durante a calibração do AGV (°K) (°K = °C + 273)
V_r	Volume em condições reais indicado pelo CPV (m3)	P_2	Pressão barométrica no local e durante calibração do AGV (mm Hg)

REFERÊNCIAS

1	ABNT. Material Particulado em Suspensão no Ar Ambiente - Determinação da Concentração Total pelo Método do Amostrador de Grande Volume. NBR 9547, Set., 1997.
2	U.S. EPA. Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurements Systems, Volume II, Ambient Air Specific Methods. Section 2.2: Reference Method for the Determination of Suspended Particulates in the Atmosphere (High-Volume Method). U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, North Carolina 27711, EPA-600/4-77-027a, Jan. 1983.
3	ABNT. Material Particulado em Suspensão na Atmosfera - Determinação da Concentração de Partículas Inaláveis pelo Método do Amostrador de Grande Volume Acoplado a um Separador Inercial de Partículas. NBR 13412, Jun,,
4	U.S. EPA. Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurements Systems, Volume II, Ambient Air Specific Methods. Section 2.11: Reference Method for the Determination of Particulate Matter as PM10 in the Atmosphere. U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, North Carolina 27711.
5	Maria C.C. Werkema e Silvio Aguiar. Análise de Regressão: Como Entender o Relacionamento entre as Variáveis de um Processo. Fundação Christiano Ottoni, UFMG, Belo Horizonte, 1996

CALIBRADO POR:	APROVADO POR:	PÁGINA
Alex Ramos de Oliveira Técnico de laboratório	José Walderley Coêlho Dias Gerente Técnico	4/4

Figura E.2 (4) Certificado de Calibração do CPVMV Emitido Formalmente pela ENERGÉTICA

APÊNDICE F

REGRESSÃO E CORRELAÇÃO

1.0 INTRODUÇÃO

O usuário, quando for calibrar o CPV ou o amostrador, poderá recorrer ao artifício da regressão linear como alternativa ao uso de curvas francesas para obter a curva de calibração no sistema de coordenadas XY.

Descreve-se, nos itens abaixo, a técnica da regressão linear simples e como se avalia se a curva obtida é uma boa representante da distribuição dos pontos.

2.0 CURVA DE REGRESSÃO

A curva de regressão é uma curva que se obtém para representar uma série de pontos num sistema de coordenadas XY. A melhor representação desses pontos é comumente obtida pela "curva de regressão linear", isto é, a curva que minimiza os quadrados dos desvios dos pontos com relação à ela (curva).

A curva dos mínimos quadrados é a reta:

$$Y = aX + b$$

onde

Y = variável dependente, medida no eixo da ordenada
X = variável independente (explicativa), medida no eixo da abscissa
a = inclinação da reta com relação ao eixo da abscesso
b = intercepto da reta com relação ao eixo da ordenada

A inclinação *a* é dada por

$$a = \frac{\sum_{i=1}^{n} XY - \overline{X}\sum_{i=1}^{n} Y}{\sum_{i=1}^{n} X^2 - \overline{X}\sum_{i=1}^{n} X} \qquad \text{(Eq. F.1)}$$

Por sua vez, o intercepto *b* é dado por

$$b = \overline{Y} - a\overline{X} \qquad \text{(Eq. F.2)}$$

3.0 EXEMPLO DE CÁLCULO

Tomemos, para exemplo, os cálculos da inclinação a_2, do intercepto b_2 e da correlação r_2 da curva (reta) de calibração de um amostrador, apresentados na Figura 5.3 deste manual, onde

$$X = Q_p$$

e

$$Y = dH_o\sqrt{\left(\frac{P_2}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_2}\right)}$$

Hoje, com a proliferação dos computadores e das calculadoras manuais, é fácil instalar programas que calculem os parâmetros *a*, *b* e *r* da reta. Neste caso, o usuário apenas entra com os pontos *XY* e, vapt-vupt, com um apertar do botão, obtém os dados. Entretanto, nos velhos tempos, quando não se possuia as maravilhosas máquinas, o jeito era trabalhar à mão. Temos então a tabulação abaixo:

X	Y	X^2	XY
0,2931	14,2761	0,0859	4,1843
0,2674	11,8967	0,0715	3,1812
0,2374	9,5174	0,0564	2,2594
0,2148	7,6337	0,0461	1,6397
0,2072	7,4354	0,0429	1,5406
ΣX = 1,2199	ΣY = 50,7593	ΣX^2 = 0,3028	ΣXY = 12,8053

Prosseguindo,

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{5} X}{n} = \frac{1{,}2199}{5} = 0{,}2440$$

$$\overline{Y} = \frac{\sum_{I=1}^{5} Y}{n} = \frac{50{,}7593}{5} = 10{,}1519$$

$$a_2 = \frac{12{,}8053 - 0{,}2440 \times 50{,}7593}{0{,}3028 - 0{,}2440 \times 1{,}2199} = 80{,}8271$$

$$b_2 = 10{,}1519 - 80{,}8271 \times 0{,}2440 = -9{,}5683$$

A reta dos mínimos quadrados é portanto:

$$Y = 80{,}8271X - 9{,}5683$$

Nota: os valores acima para a_2 e b_2 estão ligeiramente diferentes dos valores apresentados na Fig. 5.3 e isso é devido aos arredondamentos nos cálculos acima.

4.0 CORRELAÇÃO

Correlação é a medida do grau de relação entre duas variáveis. A medida de quão boa é a relação é dada por um coeficiente chamado de coeficiente de correlação (*r*).

Se todos os pontos caíssem em cima da curva (reta) de regressão, os quadrados dos desvios a partir da reta seriam zero e o coeficiente de correlação seria – 1,000 ou *+1,000*. O coeficiente, portanto, mede a dispersão dos pontos no sistema de coordenadas. Caso a distribuição dos pontos seja completamente aleatória, a correlação é zero e não há relação entre as variáveis.

No nosso caso (calibração do AMOTOX e do HANDI-VOL, o coeficiente é sempre positivo.

Nota: Deve-se procurar obter uma relação cujo fator de correlação *r* não seja inferior a *0,998*. Em todo o caso, nunca aceite uma relação com *r* abaixo de *0,99*.

O coeficiente de correlação *r* é calculado pela fórmula:

$$r = \frac{n\sum_{i=1}^{n} XY - \sum_{i=1}^{n} X \sum_{i=1}^{n} Y}{\sqrt{\left[n\sum_{i=1}^{n} X^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} X\right)^2\right]\left[n\sum_{i=1}^{n} Y^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} Y\right)^2\right]}}$$

Aplicando o mesmo exemplo acima, deve-se chegar a um valor próximo de *0,9977*.

APÊNDICE G

FORMULÁRIOS

1.0 INTRODUÇÃO

Formulários em branco são fornecidos nas próximas páginas para conveniência do usuário deste manual. Cada formulário retém seu respectivo número de figura do texto.

Os seguintes formulários estão incluídos neste apêndice.

Formulário	Título
5.2	Formulário de Registro de Dados – Geração da Relação de Calibração do AMOTOX
6.2	Formulário de Registro de Dados – Amostragem com o AMOTOX do AGV MP_{10}

AMOTOX – GERAÇÃO DA RELAÇÃO DE CALIBRAÇÃO

Formulário de Registro de Dados

Número:	
Data:	
Executante:	
Conferencista:	

DADOS DO EQUIPAMENTO

AMOTOX N°		MANÔMETRO N°	

DADOS GERAIS DA CALIBRAÇÃO

Local:		Data:		Hora:	

DADOS AMBIENTAIS

Pressão barométrica (P_2):		mm Hg	Temperatura (T_2):		°C

Identificação dos padrões de pressão e temperatura:

Barômetro n°		Data de validade:	
Termômetro n°		Data de validade:	

DADOS DO CPV (CALIBRADOR PADRÃO DE VAZÃO) (VER CERT. CALIB.)

Número do CPV:		Data última calibração	

Relação (reta) de calibração:

Inclinação a_1:		Intercepto b_1:		Correlação r_1:	

MEDIÇÕES DA CALIBRAÇÃO

Placa N°	Pressão diferencial CPV - dH_c (cm H_2O)		Pressão diferencial orifício – dH_o(cm H_2O)	
15				
13				
11				
9				
8				

OBSERVAÇÕES

Ass. Executante

Ass. Conferencista

Figura 5.1 Formulário de Registro de Dados – Geração da Relação de Calibração do AMOTOX (com exemplo)

AMOTOX – AMOSTRAGEM

Formulário de Registro de Dados

Número:	
Data:	
Executante:	
Conferencista:	

DADOS DO EQUIPAMENTO

AMOTOX N°		MANÔMETRO N°	

LOCAL E PERÍODO DE AMOSTRAGEM

Local:		N° estação	

Período nominal de amostragem: ____ horas

Período de amostragem:	Data – início:		Data – final:	
	Hora – início:		Hora – final:	

DADOS AMBIENTAIS

Pressão barom. média (P_3 ou P_s): ____ mmHg Temp. média (T_3 ou T_s): ____ ºC

Nota: os valores médios acima podem ser obtidos de uma estação meteorológica

Pressão barom. CONAMA (P_p): ____ mmHg Temp. CONAMA (T_p): ____ ºC

DADOS DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO DO AMOSTRADOR

Data da última calibração: ____

a_2 = ____ b_2 = ____ r_2= ____

DADOS (LEITURAS) DO CAMPO

Pressão diferencial no manômetro (cm H_2O):

Inic. (dH_{oi}):		Final (dH_{of}):	
p/cima	p/baixo	p/cima	p/baixo

Leitura do horâmetro (h/100): Inícial: ____ Final: ____

DADOS DA ESPUMA E DO FILTRO

Identificação da espuma de poliuretano:	
Identificação do pré-filtro:	

CONTROLE DA QUALIDADE

Amostrador recalibrado conforme programação?	Sim		Não	
A vazão se manteve na faixa de 200 a 300 L/min?	Sim		Não	
Traçado da pena na carta indicando anormalidade?	Sim		Não	

OBSERVAÇÕES

______________________ ______________________

Ass. Executante Ass. Conferencista

Figura 6.2a Formulário de Registro de Dados – Amostragem com o AMOTOX

ANEXO

ENERGÉTICA IND.E COM. LTDA.
Rua Gravataí, 99 – Rocha
CEP 20975-030 Rio de Janeiro – RJ
CNPJ 29.341.583/0001-04 – IE 82.846.190
Fone: (0xx21) 3797-9800; Fax: (0xx21) 2241-1354

DETERMINAÇÃO DE PESTICIDAS E BIFENILAS POLICLORADAS (PCB) NO AR AMBIENTE UTILIZANDO AMOSTRAGEM DE GRANDE VOLUME COM ESPUMA DE POLI-URETANO (EPU) SEGUIDA POR DETECÇÃO POR CROMATOGRAFIA A GÁS/ MULTIDE-TECTOR (CG/DM)

Conforme o
Compendium of Methods for Toxic Organic Air Pollutants – Method TO-4A, Janeiro de 1999

1.1.1.1 TRADUÇÃO DO ORIGINAL:

Determination of Pesticides and Polychlorinated Biphenyls in Ambient Air Using High Volume Polyurethane Foam (PUF) Sampling Followed by Gas Chromatographic/Multi-detector Detection (GC/MD)

1.1.1.1.1.1 Tradução de José Walderley Coêlho Dias

Revisão de Rosangela Rita Serpa Rajoy

Rio de Janeiro
01 de Julho de 2011

ÍNDICE

ÍNDICE (Continuação)

MÉTODO TO-4A

Determinação de Pesticidas e Bifenilos Policlorados no Ar Ambiente Utilizando Amostragem com Espuma de Poliuretano (EPU) em Grande Volume Seguido por Detecção Cromatográfica a Gás/Detector Múltiplo

1. Escopo

1.1 Este documento descreve um método para amostragem e análise de uma variedade de pesticidas comuns e bifenilas policloradas (PCBs) no ar ambiente. O procedimento é baseado na adsorção de compostos químicos do ar ambiente em espuma de poliuretano (EPU [PUF, poliurethane foam, em inglês]) utilizando um amostrador de grande volume.

1.2 O procedimento de amostragem de grande volume em EPU é aplicável a atmosferas multicomponentes contendo concentrações comuns de pesticida, de 0,001 a 50 µg/m^3, durante períodos de amostragem de 4 a 24 horas. Os limites de detecção dependerão da natureza do analito e da duração do período de amostragem.

1.3 Compostos específicos para os quais o método tem sido empregado são relacionados na Tabela 1. A metodologia descrita no *Compendium* TO-4A é empregada correntemente em laboratórios por todos os EUA. A metodologia de amostragem foi formulada tendo em mente satisfazer as necessidades de amostragem de pesticida comum e PCB no ar ambiente

1.4 O *Compendium* Método 4A foi originalmente publicado em 1989 (1). Atualizações adicionais do protocolo de amostragem foram publicadas como parte do *Compendium* Método TO-13 (2). O método foi ainda modificado para aplicações em ar interior em 1990 (3). Num esforço para manter o método consistente com a tecnologia atual, o *Compendium* 4A incorporou os procedimentos de amostragem e análise do Método ASTM D4861-94 (4) e é publicado aqui como *Compendium* Método 4A.

2. Resumo do Método

2.1 Um amostrador de grande volume (~227 L/min)* é usado para coletar pesticidas comuns e PCBs num cartucho sorvente contendo EPU ("PUF" em inglês). As partículas em suspensão no ar podem também são coletadas, mas a eficiência da amostragem não é conhecida. (5). O amostrador é operado por 24 horas, após o qual o sorvente é levado para análise no laboratório.

2.2 Pesticidas e PCBs são extraídos do cartucho sorvente com 10 % de éter dietílico em hexano e determinado por cromatografia gasosa acoplada a um detector de captura de elétrons (DCE ["ECD" em inglês]), um detector nitrogênio-fósforo (DNF ["NPD" em inglês]), um detector fotométrico de chama (DFC ["FPD" em inglês]), um detector de condutividade eletrolítica Hall (DCEH ["HECD" em inglês]) ou um espectrômetro de massa (EM ["MS" em inglês]). Para pesticidas comuns, pode ser preferível um cromatógrafo líquido de alta performance (CLAD ["HPLC" em inglês]) acoplado a um detector ultravioleta (UV) ou detector eletroquímico.

2.3 As interferências resultantes da análise tendo tempos de retenção similares durante a análise com CG são resolvidos pela melhoria da resolução ou da separação, tais como a troca de coluna cromatográfica ou parâmetros de operação ou por fracionamento da amostra por cromatografia em coluna.

3. Significação

3.1 A utilização de pesticida e a distribuição ambiental são comuns em áreas rurais e urbanas nos EUA. A aplicação de pesticidas pode causar efeitos adversos à saúde humana, pela contami-

***NT**: A Energética considera um amostrador trabalhando na faixa de 200 a 300 L/min como um amostrador de médio volume (AMV) e não de grande volume (AGV)

nação do solo, da água, do ar, das plantas e da vida animal. Os PCBs são menos vastamente utilizados, devido à extensiva restrição colocada no fabricante. Entretanto, a exposição humana aos PCBs continua sendo um problema por causa de sua presença em vários produtos elétricos

3.2 Muitos pesticidas e PCBs exibem efeitos bioacumulativos e crônicos à saúde; portanto, o monitoramento da presença destes compostos no ar ambiente é de grande importância.

3.3 Os níveis relativamente baixos de tais compostos no ambiente requer o uso de técnicas de amostragem de grande volume a fim de que se possa adquirir amostras suficientemente grandes para as análises. Entretanto, a volatilidade destes compostos dificulta a coleta eficiente no meio filtrante. Consequentemente, o *Compendium* Método TO-4A utiliza um filtro e um cartucho de *backup* com espuma de poliuretano, os quais ensejam coleta eficiente da maioria dos pesticidas comuns, de PCBs e de muitos outros orgânicos dentro da mesma faixa de volatilidade.

3.4 Além disso, as modificações deste método têm sido aplicadas com muito sucesso nas medições de pesticidas comuns e PCBs em ar interior (3) e no monitoramento da exposição respiratória pessoal.

4. Documentos Aplicáveis

4.1 Padrões ASTM

- D1356 Definição de termos relacionados com a amostragem e análise atmosférica
- D4861-94 Prática Padrão para Amostragem e Análise de Pesticidas e Bifenilas Policloradas no Ar
- E260 Prática Recomendada para Procedimentos Gerais de Cromatografia a Gás
- E355 Prática para Termos e Relações em Cromatografia a Gás
- D3686 Prática para Amostragem de Atmosferas para Coletar Vapores de Compostos Orgânicos (Método de Adsorção com Tubo de Carvão Ativado)
- D3687 Prática para Análise de Vapores de Compostos Orgânicos Coletados por Adsorção por Tubo de Carvão Ativado
- D4185 Prática para a Medição de Metais em Atmosferas em Locais de Trabalho por Espectrometria por Absorção Atômica

4.2 Documentos da EPA

- Compêndio de Métodos para a Determinação de Compostos Orgânicos Tóxicos no Ar Ambiente: Método TO-10, Segundo Suplemento, Agência de Proteção Ambiental dos EUA, EPA 600/4-89-018, Março 1989.
- Manual de Métodos Analíticos para a Determinação de Pesticidas em Humanos e Padrões Ambientais, Agência de Proteção Ambiental dos EUA, EPA 600/8-80-038, Junho 1980.
- Compêndio de Métodos para a Determinação de Poluentes Atmosféricos no Ar Interior: Método IP-8, Agência de Proteção Ambiental dos EUA, EPA 600/4-90-010, Maio 1990.

4.3 Outros Documentos

- Código de Regulamentos Federais ("CFR" em inglês), Título 40, Parte 136, Método 604

5. Definições

[<u>Nota</u>*: As definições usadas neste documento e em quaisquer procedimentos de operação padrão (SOPs em inglês) preparados para usuários devem ser consistentes com o D1356, E260 e E355 da ASTM. Todas as abreviações e símbolos são definidos neste documento no ponto de utilização].*

5.1 Eficiência de Amostragem (EA [“SE” em inglês]) – habilidade do meio de amostragem de reter analitos de interesse. A percentagem do analito de interesse coletado e retido pelo meio de amostragem quando é introduzido como vapor no ar ou nitrogênio no amostrador de ar, e o amostrador é operado em condições normais por um período de tempo igual a ou maior que o exigido para o uso pretendido, é indicado por %EA.

5.2 Eficiência de Retenção (ER [“RE” em inglês]) – habilidade do meio de amostragem de reter um composto *spike* adicionado a ele em solução líquida.

5.3 Tempo de Retenção (TR [“RT” em inglês) – tempo para eluir um determinado composto químico de uma coluna cromatográfica, para uma determinada vazão do gás portador, medido a partir do momento em que o composto químico é injetado na corrente gasosa até que surja no detector.

5.4 Tempo de Retenção Relativa (TRR [“RRT” em inglês]) – uma taxa de TRs para dois compostos químicos para a mesma coluna cromatográfica e vazão do gás portador, onde o denominador representa um composto químico de referência.

5.5 Limite de Detecção do Método (LDM [“MDL” em inglês]) – a concentração mínima de uma substância que pode ser medida e relatada com confiança e cujo valor esteja acima de zero.

5.6 Dispositivo Kuderna-Danish – o dispositivo Kuderna-Danish (K-D) é um sistema para concentrar materiais dissolvidos em solventes voláteis.

5.7 EM-MMI (“MS-SIM” em inglês) – o cromatógrafo a gás (CG) é acoplado a um espectrômetro de massa (EM) onde o instrumento é programado para coletar dados para somente os compostos alvos e desconsiderar todos os outros, operando assim no seleto modo de monitoramento de íons (MMI). Isso é realizado usando o MMI acoplado a discriminadores de tempo de retenção (TR). O procedimento de análise do MMI fornece os dados quantitativos.

5.8 Sublimação – a passagem direta de uma substância do estado sólido para o estado gasoso e de volta ao estado sólido, sem aparecer em nenhum momento no estado líquido. Também aplicada à conversão de sólido em vapor sem que o último retorne ao estado sólido, e a uma conversão direta da fase de vapor para o estado sólido.

5.9 Padrão *Surrogate* – um composto químico (não esperado a ocorrer na amostra ambiental), adicionado a cada amostra, branco e amostra *spike* matriz (“matrix spiked sample” em inglês) antes da extração e análise. A recuperação do padrão *surrogate* é usada para monitorar efeitos de matriz não usuais, erros grosseiros de processamento de amostra etc. A recuperação do *surrogate* é avaliada quanto à aceitação determinando-se se a concentração medida cai dentro de limites aceitáveis.

6. Interferências

6.1 Qualquer separação de misturas complexas de compostos químicos orgânicos por cromatografia a gás ou a líquido está sujeita a problemas de interferências sérios devido à coeluição de dois ou mais compostos. O uso de colunas de orifícios capilares ou micrométricos com resolução superior ou duas ou mais colunas de diferentes polaridades em geral eliminam estes problemas. Além disso, a seletividade pode ser melhorada ainda mais usando-se um EM operando no seleto modo de monitoramento de íons (MMI) como o detector da CG. Neste modo, os compostos coeluentes podem com frequência ser determinados.

6.2 O DCE responde a uma grande variedade de compostos orgânicos. É provável que tais compostos sejam encontrados como interferências durante as análises por CG/DCE. Os detectores DNF, DFC e DCEH são elementos específicos, porém ficam ainda sujeitos a interferên-

cias. Os detectores UV para cromatógrafo a líquido de alto desempenho (CLAD [“HPLC” em inglês]) são quase universais, e o detector eletroquímico pode também responder a uma variedade de compostos químicos. As análises por espectrometria de massa geralmente fornecem identificação positiva de determinados compostos.

6.3 Os PCBs e certos pesticidas comuns (por exemplo, clordano [“chlordane” em inglês]) são misturas complexas de compostos individuais que podem causar dificuldade na quantificação exata de uma determinada formulação numa mistura de múltiplos componentes. Os PCBs podem interferir na determinação de pesticidas.

6.4 A contaminação de vidraria e de aparelhos de amostragem com traços de pesticidas e PCBs pode ser uma fonte significativa de erros, particularmente a baixas concentrações de analitos. Recomenda-se atenção cuidadosa nos procedimentos de limpeza e manuseio durante todos os passos de amostragem e análise a fim de minimizar esta fonte de erro.

6.5 As abordagens gerais listadas abaixo devem ser seguidas a fim de minimizar interferências.

6.5.1 Compostos polares, incluindo certos pesticidas (por exemplo, classes organofosforados e carbamatos) podem ser removidos por cromatografia de coluna em alumina. A limpeza da alumina permite a análise dos pesticidas e PCBs mais comuns.

6.5.1 PCBs podem ser separados de outros pesticidas comuns por cromatografia de coluna em ácido silícico (8,9).

6.5.2 Muitos pesticidas podem ser fracionados em grupos por cromatografia de coluna em Florisil (9).

7. Segurança

7.1 A toxicidade ou carcinogenicidade de cada reagente utilizado neste método não foi ainda precisamente definida; no entanto, cada composto químico deve ser tratado como um risco potencial à saúde. Deste ponto de vista, a exposição a esses compostos químicos deve ser reduzida ao nível mais baixo possível por qualquer meio disponível. O laboratório é responsável pela manutenção de um arquivo atual de conscientização dos regulamentos da *Occupational Safety and Health Administration* (OSHA) com respeito ao manuseio seguro dos compostos químicos especificados neste método. Um arquivo de referência de formulários de dados de manuseio de materiais deve permanecer disponível a todo o pessoal envolvido nas análises de compostos químicos. Mais referências à segurança no laboratório estão disponíveis e foram identificadas para análise (10-12).

7.2 Os PCBs têm sido classificados como um conhecido ou suspeitado carcinógeno de humanos e mamíferos. Muitos dos outros pesticidas comuns foram classificados como carcinógenos. Deve-se ter muito cuidado ao trabalhar com estas substâncias. Este método não pretende cobrir todos os problemas de segurança associados com seu uso. É da responsabilidade de quem usar este método consultar e estabelecer práticas de saúde e segurança adequadas e determinar a aplicabilidade das limitações regulatórias antes do uso. O usuário deve estar bem familiarizado com os compostos químicos e as propriedades físicas das substâncias alvos.

7.3 Trate todos os analitos alvos como carcinógenos. Compostos puros devem ser pesados numa *Glove Box**. Amostras usadas e padrões não usados são rejeitos tóxicos e devem ser dispostos de acordo com as regras. Regularmente, verifique as bancadas e equipamentos com “luz negra” tendo a fluorescência como indicadora de contaminação.

7.4 A eficiência de coleta para pesticidas comuns e PCBs tem sido demonstrada como maior que 95% para a configuração de amostragem descrita no método (filtro e adsorvente de *backup*).

***NT**: Para este caso, trata-se de uma câmara selada e com luvas acopladas para manipulação isolada das substâncias. Tem como objetivo evitar o contato do operador com a substância e contaminação do ambiente.

Portanto, nenhuma avaliação de recuperação no campo deverá ocorrer como parte deste procedimento.

8. Aparelhagem

[Nota: Este método foi desenvolvido usando o amostrador de semivoláteis PS-1 fornecido pela General Metal Works, Village of Cleves, OH, como guia. A EPA adquiriu experiência no uso do equipamento durante vários programas de monitoramento no campo durante os últimos anos. Equipamentos de outros fabricantes devem funcionar da mesma forma. Entretanto, podem ser necessárias modificações destes procedimentos caso seja escolhido um outro amostrador comercialmente disponível.]

8.1 Amostragem

8.1.1 Amostrador de grande volume (ver Figura 1). Capaz de puxar ar ambiente através do filtro/cartucho adsorvente a uma vazão de aproximadamente 0,225 m^3-padrão/min, a fim de obter um volume total de amostra maior que 300 m^3-padrão num período de 24 horas. Principais fabricantes (em 2011):

- Tisch Evironmental, Village of Cleves, OH
- Energética Ind. e Com. Ltda., Rio de janeiro, RJ*

8.1.2 Módulo de amostragem (ver Figura 2). Porta-filtro de metal (Parte 2) capaz de portar um filtro de partículas circular de 102 mm de diâmetro, suportado por uma tela de aço inox de 16 *mesh*, e se ligando a um cilindro de metal (Parte 1) capaz de portar um cartucho sorvente de vidro borossilicato, com 65 mm de diâmetro externo e 125 mm de comprimento, contendo EPU. O porta-filtro é equipado com juntas vedantes de material inerte (por exemplo, PTFE) colocada em ambos os lados do filtro. Da mesma forma, juntas maleáveis, inertes (por exemplo, de borracha silicone) são usadas para conferir estanqueidade em cada extremidade do cartucho sorvente de vidro. O cartucho sorvente de vidro é dotado de um ressalto circunferencial localizado 20 mm acima da extremidade inferior a fim de dar suporte a uma tela de aço inox que segura o sorvente. O cartucho sorvente de vidro se aloja na Parte 1, que é rosqueada na Parte 2 até que o cartucho sorvente fique vedado entre as juntas de silicone. Principais fabricantes:

- Tisch Evironmental, Village of Cleves, OH
- Energética Ind. e Com. Ltda., Rio de Janeiro, RJ*

Uma unidade portátil, para o campo, foi desenvolvida pela EPA (ver Figura 3).

8.1.3 Calibrador do amostrador de grande volume. Capaz de prover resistência ao fluxo em vários pontos de vazão para o amostrador de grande volume. Principais fabricantes:

- Tisch Evironmental, Village of Cleves, OH
- Energética Ind. e Com. Ltda., Rio de janeiro, RJ**

8.1.4 Caixa de gelo. Para acomodar amostras a <4°C ou menos durante o transporte para o laboratório após a coleta.

8.1.5 Formulários de registro. Para cada amostra, para registro do local, tempo de amostragem, duração da amostra, início da coleta e volume de ar amostrado.

***NT**: O equipamento fabricado pela Energética funciona igualmente ao Amostrador PUF de origem norte-americana e é chamado de AMOTOX (Amostrador de Orgânicos Tóxicos). O AMOTOX funciona na faixa de vazão de 200 a 300 L/min e é, portanto, considerado pela empresa como um amostrador de médio volume (AMV).

****NT**: O calibrador fabricado pela Energética é do tipo orifício, tendo este um diâmetro menor que o do calibrador do AGV, a fim de manter compatibilidade com vazões na faixa de 200 a 300 L/min.

8.2 Limpeza e Concentração da Amostra (ver Figura 4)

8.2.1 Extrator Soxhlet (ver Figura 4a). Capaz de extrair filtro e cartuchos adsorventes (2,3” x 5” de comprimento), frasco de 1.000 mL e condensador. Melhor fornecedor.
8.2.2 Sistema de forno de tubo de vidro pyrex. Para ativar a sílica-gel a 180°C sob purga de gás nitrogênio purificado, com capacidade de elevar a temperatura gradativamente. Melhor fornecedor.
8.2.3 Vial de vidro. 40 mL. Melhor fonte.
8.2.4 Frasco Erlenmeyer. 50 mL. Melhor fornecedor.

[<u>Nota</u>*: A reutilização de vidraria deve ser minimizada para evitar o risco de contaminação cruzada. Toda a vidraria utilizada, principalmente a vidraria reutilizada, deve ser limpada escrupulosamente tão logo que possível após uso. Enxágue a vidraria com o último solvente utilizado nela e então com acetona e hexano de alta pureza. Lave com água quente contendo detergente. Enxágue com grande quantidade de água da torneira e várias porções de água destilada. Drene, seque e aqueça num forno de mufla a 400 °C por 4 horas. Vidraria volumétrica não deve ser aquecida num forno de mufla; ao invés, deve ser enxaguada com acetona e hexano de alta pureza. Após a vidraria estar seca e resfriada, enxágue-a com hexano e guarde-a invertida ou tampada com folha de alumínio enxaguado com solvente num ambiente limpo.]*

8.2.5 Luvas de algodão branco. Para manusear cartuchos e filtros. Melhor fornecedor.
8.2.6 Minivials. 2 mL, vidro borossilicato, com reservatório cônico e tampas rosqueadas revestidas internamente com discos de silicone revestidos com PTFE e um porta-vial. Melhor fornecedor.
8.2.7 Espátulas e colheres de aço inox revestidas de PTFE. Melhor fornecedor.
8.2.8 Aparelho Kuderna-Danish (K-D) (ver Figura 4b). Frasco de evaporação de 500 mL (Kontes K-570001-500 ou equivalente), tubos concentradores graduados de 10 mL (Kontes K570050-1025 ou equivalente) com rolhas de vidro esmerilhado e Coluna Snyder macro de 3 bolas (Kontes K-570010500, K-50300-0121 e K-569001-219 ou equivalente). Melhor fornecedor.
8.2.9 Coluna de adsorção para cromatografia de coluna (ver Figura 4c). 1 cm x 10 cm, com *stands*.
8.2.10 *Glove Box*. Para trabalho com padrões e reagentes extremamente tóxicos, com capela á prova de explosão para exaustão de gases de solventes, reagentes etc.
8.2.11 Forno de vácuo. Sistema de forno de secagem a vácuo capaz de manter vácuo a 240 torr (com descarga de nitrogênio) de um dia para o outro.
8.2.12 Tubos concentradores e um dispositivo de evaporação de nitrogênio com vazão variável. Melhor fornecedor.
8.2.13 Refrigerador de laboratório. Melhor fornecedor.
8.2.14 Pérolas de vidro. Carboneto de silício de 10/40 mesh, extraído por solvente, ou equivalente. Melhor fornecedor.
8.2.15 Banho d’água. Aquecido, com tampa de anel concêntrico, capaz de controle de temperatura de ± 5 ºC. Melhor fornecedor.
8.2.16 Dispositivo de evaporação de nitrogênio. Melhor fornecedor.
8.2.17 Lã de vidro. Grau de alta pureza. Melhor fornecedor.

8.3 Análises de Amostras

8.3.1 Cromatógrafo a gás (CG). O sistema de CG deve ser equipado com detector(es) adequado(s) e um forno de aquecimento controlado isotermicamente ou com programação de temperatura. Melhores limites de detecção podem ser obtidos com um CG equipado com um injetor de coluna de resfriamento ou sem *split*.
8.3.2 Coluna de cromatograffia a gás. Como exemplo, DB-5, DB-17, DB-608 e DB-1701, de 4,6 mm x 25 cm, estão disponíveis no mercado. Outras colunas podem também fornecer resultados aceitáveis.
8.3.3 Coluna CLAD (“HPLC” em inglês). Como exemplo, Zorbak SIL ou µBondpak C-18, de 4,6 mm x 25 cm. Outras colunas podem também fornecer resultados aceitáveis.

8.3.4 Micro seringas. Volume 5 µL ou outros tamanhos adequados.
8.3.5 Balança. Balança Mettler ou equivalente.
8.3.6 Todas as seringas, gases e outros suprimentos pertinentes necessários. Para operar o sistema CG/EM.
8.3.7 Pipetas, micropipetas, seringas, buretas etc. Para realizar calibração e adicionar soluções *spikes* ("spiking solutions" em inglês) e diluir amostras, se necessário, incluindo seringas para a medição exata de volumes tais como 25 µL e 100 µL.

9. Equipamentos e Materiais

9.1 Materiais para Coleta de Amostras (ver Figura 5)

9.1.1 Filtro de fibra de quartzo. Filtro de microfibra de quartzo, sem aglutinante, de 102 mm, Whatman Inc., 6 Just Road, Fairfield, NJ 07004, filtro tipo QMA-4
9.1.2 Tarugos de espuma de poliuretano EPU (ver Figura 5a). Tipo poliuretano (densidade 0,022 g/cm^3), de material em manta com 3 polegadas de espessura. A EPU deve ser do tipo poliéter, usado em estofamento de móveis, travesseiros e colchões. Os cilindros (tarugos) de EPU devem ter diâmetros ligeiramente maiores que o diâmetro interno do cartucho. Fornecedores: New Star Environmental, 3293 Ashburton Chase NE, Roswell, GA; Energética Ind. e Com. Ltda., Rua Gravataí, 99, Rio de Janeiro; Tisch Environmentall Instruments Inc., Village of Cleves, OH; University Research Glassware, 116 S. Merrit Mill Road, Chapel Hill, NC; Supelco Park, Bellefonte, PA; e SKC Inc., 334 valley View Road, Eighty Four, PA.
9.1.3 Tampa de PTFE (ver Figura 5a). Para o cartucho de amostras. Fornecedores: New Star Environmental, 3293 Ashburton Chase NE, Roswell, GA; Energética Ind. e Com. Ltda., Rua Gravataí, 99, Rio de Janeiro; Tisch Environmentall Instruments Inc., Village of Cleves, OH
9.1.4 Recipientes de alumínio, para transporte de cartuchos de amostras. Para transporte de cartuchos de amostras. Fornecedores: New Star Environmental, 3293 Ashburton Chase NE, Roswell, GA; Energética Ind. e Com. Ltda., Rua Gravataí, 99, Rio de Janeiro; Tisch Environmentall Instruments Inc., Village of Cleves, OH.
9.1.5 Cartucho de vidro para amostras (ver Figura 5a). Para a coleta de amostras. Fornecedores: New Star Environmental, 3293 Ashburton Chase NE, Roswell, GA; Energética Ind. e Com. Ltda., Rua Gravataí, 99, Rio de Janeiro; Tisch Environmentall Instruments Inc., Village of Cleves, OH
9.1.6 Folha de alumínio. Melhor fornecedor.
9.1.7 Hexano, grau reagente. Melhor fornecedor

9.2 Extração e Concentração de Amostras

9.2.1 Diclorometano. Grau cromatógrafo, destilado em vidro. Melhor fornecedor.
9.2.2 Sulfato de sódio anidro (SSA). Granular (purificado por lavagem com cloreto de metileno seguido de aquecimento a 400 °C por 4 horas numa bandeja rasa).
9.2.3 Cavacos de ebulição. Solvente extraído ou aquecido num forno de mufla a 450 °C por 2 horas, aproximadamente 10/40 *mesh* (carboneto de silício ou equivalente).
9.2.4 Nitrogênio. Grau alta pureza. Melhor fornecedor.
9.2.5 Éter. Grau cromatógrafo, destilado em vidro. Melhor fornecedor.
9.2.6 Hexano. Grau cromatógrafo, destilado em vidro. Melhor fornecedor.
9.2.7 Dibromobifenila. Grau cromatógrafo. Melhor fornecedor. Usado como padrão interno.
9.2.8 Decafluorobifenila. Grau cromatógrafo. Melhor fornecedor. Usado como padrão interno.
9.2.9 Lã de vidro. Silanizado, extraído com cloreto de metileno e hexano, e secado.
9.2.10 Éter dietílico. Alta pureza, destilado em vidro.
9.2.11 Hexano. Alta pureza, destilada em vidro.
9.2.12 Sílica-gel. Alta pureza, tipo 60, *mesh* 70-230.
9.2.13 Frasco evaporativo com fundo redondo. 500 mL, juntas 20/40. Melhor fornecedor.

9.2.14 **Extratores soxhlet com capacidade**. 500 mL, com condensadores de refluxo. Melhor fornecedor.
9.2.15 **Concentrador Kuderna-Danish**. 500 mL, com colunas Snyder. Melhor fornecedor.
9.2.16 **Tubos concentradores graduados**. 10 mL, com rolhas 19/22. Melhor fornecedor.
9.2.17 **Tubos concentradores graduados**. 1 mL, com rolhas 14/20. Melhor fornecedor.
9.2.18 **Fita de fluorocarbono TFE**. ½ polegada. Melhor fornecedor.
9.2.19 **Tubos para filtração**. Tamanho 40 mm (diâmetro interno) x 80 mm.
9.2.20 **Vials de soro**. 1 mL e 5 mL, munidos de tampas revestidas internamente com fluorocarbono TFE.
9.2.21 **Pipeta Pasteur**. 9 polegadas. Melhor fornecedor.
9.2.22 **Lã de vidro**. Queimada a 500 °C. Melhor fornecedor.
9.2.23 **Alumina**. Grau atividade IV, mesh 100/200.
9.2.24 **Coluna cromatográfica de vidro**. 2 mm DI x 15 cm de comprimento
9.2.25 **Forno a vácuo**. Conectado a aspirador de água. Melhor fornecedor.
9.2.26 **Matriz/molde**. Melhor fornecedor.
9.2.27 **Caixa de gelo**. Melhor fornecedor.
9.2.28 **Ácido silícico**. Qualidade pesticida. Melhor fornecedor.
9.2.29 **Octacloronaftaleno (OCN)**. Grau pesquisa. Melhor fornecedor.
9.2.30 **Florisil**. Qualidade pesticida. Melhor fornecedor.

9.3 Análises de Amostras por CG/EM

9.3.1 Cilindros de gás de hidrogênio, nitrogênio, argônio/metano e hélio. Ultra alta pureza. Melhor fornecedor.
9.3.2 Ar de combustão. Ultra alta pureza. Melhor fornecedor.
9.3.3 Ar zero. O ar zero pode ser obtido de um cilindro ou pode ser ar comprimido grau zero, purificado com Drierite ou sílica-gel e peneira molecular 5A ou carvão ativado, ou por remoção catalítica do ar ambiente.
9.3.4 Tubos e conexões de aço inox grau cromatógrafo. Para interconexões. Fornecedor: Altech Applied Science, 2051 Waukegan Road, Deerfield, IL, ou equivalente.

[*Nota: Todos os materiais em contacto com a amostra, o analito ou os gases de suporte antes da análise devem ser de aço inox ou de outro metal inerte. Não use plástico ou tubos e conexões de PTFE.]*

10. Preparação do Cartucho de Amostragem EPU

[*Nota: Este método foi desenvolvido usando o cartucho de amostras PS-1 fornecido pela General Metal Works, Village of Cleves, OH como guia orientativo. A EPA angariou experiência no uso deste equipamento durante vários programas de monitoramento no campo realizados nos últimos vários anos.]*

10.1 Resumo do Método

10.1.1 Esta parte do Compêndio Método TO-4A discute informações pertinentes relacionadas com a preparação e limpeza do filtro, adsorvente e cartucho filtro/adsorvente. As bateladas separadas de filtros e adsorventes são extraídas com um solvente apropriado.
10.1.2 Pelo menos um cartucho EPU e um filtro de cada batelada, ou 10 por cento da batelada, o que for maior, devem ser testados e certificados como limpos antes de a batelada ser considerada apta para uso no campo.

10.2 Preparação do Cartucho de Amostragem

10.2.1 Ponha os filtros de quartzo Whatman QMA-4 numa estufa a 400 °C por 5 horas antes de usá-los.

10.2.2 Coloque os filtros num recipiente limpo para transporte para o campo ou antes de combiná-los com os cartuchos de vidro para certificação antes do desdobramento no campo.
10.2.3 Os tarugos de EPU são tarugos cilíndricos com diâmetro de 6 cm cortados de mantas de 3 polegadas de espessura e devem ajustar-se, com ligeira compressão, nos cartuchos de vidro, suportados por uma tela (ver Figura 2). Durante o corte gire a matriz em alta rotação (por exemplo, numa furadeira de pressão) e continuamente lubrifique com água deionizada ou destilada. Tarugos de EPU pré-limpos podem ser obtidos nas muitas fontes comerciais identificadas na Seção 9.1.2.
10.2.4 Para a limpeza inicial, coloque os tarugos de EPU num dispositivo Soxhlet e extraia com acetona por 16 horas a aproximadamente 4 ciclos por hora. Quando os cartuchos são reusados, use éter dietílico/hexano (10 % volume/volume [v/v]) como solvente de limpeza.

[*Nota: Um procedimento modificado de limpeza da EPU pode ser usado para remover componentes de interferência desconhecidos no branco EPU. Este método consiste em lavar 50 vezes com tolueno, acetona e éter dietílico/hexano (5 a 10 % v/v), seguido de extração Soxhlet. A EPU extraída é colocada num forno a vácuo conectado a um aspirador de água e secada à temperatura ambiente por aproximadamente 2 a 4 horas (até que não se detecte nenhum odor de solvente). Alternativamente, ela pode ser secada à temperatura ambiente num contêiner vedado contendo nitrogênio (grau zero) circulando. Coloque o tarugo de EPU limpo num cartucho de amostragem de vidro, identificado, usando luvas e fórceps. Envolva o cartucho com folha de alumínio "rinsada" com hexano e coloque-o num jarro fechado com tampa revestida internamente com fluorocarbono TFE. O envolvimento com folha pode também ser marcado para identificação usando uma blunt probe (haste cega). O extrato do procedimento de extração Soxhlet de cada batelada deve ser analisado, para determinar a limpeza inicial antes da certificação.*]

10.2.5 Aloje uma tela (*mesh* 200/200) de aço inox ou níquel no fundo do cartucho de amostragem de vidro enxaguado com hexano a fim de reter os adsorventes EPU, como ilustrado na Figura 2. Usando luvas de poliéster, coloque a EPU (espessura de 2,5 cm e diâmetro de 6,5 cm) extraída por Soxhlet e secada a vácuo no topo da tela no cartucho de amostragem de vidro.

10.2.6 Envolva o cartucho de amostragem com folha de alumínio "rinsada" com hexano, feche com tampas de PTFE, coloque-o num recipiente de transporte, de alumínio, identificado e limpo, e vede-o com fita de PTFE. Analise pelo menos um tarugo de EPU de cada batelada de tarugos de EPU, usando o procedimento descrito na Seção 10.3, antes da batelada ser considerada apta para uso no campo. Um nível de branco de <10 ng/tarugo e filtro, para compostos componentes simples, é considerado como aceitável. Para misturas de componentes múltiplos (por exemplo, PCBs), o nível de branco deve ser <100 ng/tarugo e filtro. Os cartuchos são considerados limpos por até 30 dias a partir da data de certificação quando armazenados em seus recipientes selados.

10.3 Procedimento para Certificação de Cartucho EPU

10.3.1 Extraia um filtro e um cartucho adsorvente EPU por extração Soxhlet e concentre usando um evaporador Kuderna-Danish (K-D), para cada lote de filtros e cartuchos enviados para o campo.
10.3.2 Monte o aparelho Soxhlet. Carregue o aparelho Soxhlet (ver Figura 4a) com 300 mL do solvente de extração (10 % [v/v] de éter dietílico/hexano) e deixe refluxar por 2 horas. Deixe o aparelho resfriar, desmonte-o e descarte o solvente de extração usado. Transfira o filtro e o cartucho de vidro EPU para o aparelho Soxhlet (o uso de um dedal de extração é opcional).

[Nota: O filtro e conjunto adsorvente são extraídos juntos a fim de se alcançar os limites de detecção, assim minimizando custos e evitando interpretação errada dos dados. Análises separadas do filtro e da EPU não gerariam informação útil a respeito do estado físico da maioria dos pesticidas comuns e PCBs na ocasião da amostragem devido a perdas evaporativas do analito do filtro durante a amostragem.]

10.3.3 Adicione entre 300 e 350 mL de éter dietílico/hexano (10 por cento v/v) para o aparelho Soxhlet. Refluxe a amostra por 18 horas a uma taxa de pelo menos 3 ciclos por hora. Permita resfriamento, e então desmonte o aparelho.
10.3.4 Monte o concentrador K-D (ver Figura 4b) ligando um tubo concentrador de 10 mL a um frasco evaporativo de 500 mL.
10.3.5 Transfira o extrato derramando-o através de uma coluna de secagem contendo 10 cm de sulfato de sódio granular anidro (ver Figura 4c) e colete o extrato no concentrador K-D. Enxágue o frasco Erlenmeyer e a coluna com 20 a 30 mL de éter dietílico/hexano 10%, completando a transferência quantitativa.
10.3.6 Adicione pérolas de vidro limpas e conecte uma coluna Snyder de 3 bolas ao frasco evaporativo. Pré-umidifique a coluna Snyder, adicionando cerca de 1 mL do solvente de extração ao topo da coluna. Coloque o aparelho K-D num banho quente (50°C) de modo que o tubo concentrador fique parcialmente imerso na água quente, e toda a superfície redonda inferior do frasco seja banhada com vapor quente. Ajuste a posição vertical do aparelho e a temperatura da água conforme exigido para completar a concentração em uma hora. A uma taxa de destilação apropriada, as bolas da coluna trepidarão ativamente, porém as câmaras não se inundarão comsolvente condensado. Quando o volume aparente do líquido alcançar aproximadamente 5 mL, retire o aparelho K-D do banho d'água e permita-o drenar e resfriar por pelo menos 5 minutos. Remova a coluna Snyder e enxágue o frasco e sua junta inferior no tubo concentrador com 5 mL de hexano. Uma seringa de 5 mL é recomendada para esta operação.

[*Nota: O solvente pode ter que ser trocado por outro solvente a fim de satisfazer as exigências do procedimento analítico escolhido para os analitos alvos.]*

10.3.7 Concentre o extrato a 1 mL e analise de acordo com a Seção 13.
10.3.8 Níveis aceitáveis de pesticidas comuns devem ser menores que 10 ng para cada par de filtro e conjunto adsorvente analisados. Para misturas de componentes múltiplos (por exemplo, PCBs), o nível do branco deve ser menor que 100 ng para cada par de filtro e adsorvente. Um vez certificados como limpos, os cartuchos podem ser enviados para o campo sem serem resfriados.

11. Montagem, Calibração e Coleta usando um Sistema de Amostragem de Grande Volume

[*Nota: Este método foi desenvolvido usando um amostrador de semivoláteis PS-1, da General Metal Works, Village of Cleves, OH, como guia orientativo. Equipamentos de outros fabricantes devem funcionar da mesma maneira. Entretanto, modificações destes procedimentos poder ser necessárias caso um outro amostrador comercialmente disponível seja selecionado.]*

11.1 Descrição do Aparelho de Amostragem

O sistema de amostragem inteiro é ilustrado na Figura 1. Este aparelho foi desenvolvido para operar de 0,114 a 0,285 m^3-padrão/min e é usado pela EPA para amostragem de grande volume no ar ambiente. O texto do método apresenta a utilização deste aparelho.

O módulo de amostragem (ver Figura 2) consiste em um filtro e um cartucho de amostragem de vidro contendo a EPU utilizada para concentrar pesticidas comuns e PCBs contidos no ar. Uma unidade portátil para o campo foi desenvolvida pela EPA (ver Figura 3).

11.2 Calibração do Sistema de Amostragem

Todo amostrador deve ser calibrado (1) quando novo, (2) após grandes reparos ou manutenção, (3) toda vez que uma auditoria apontar desvios de mais de 7% na curva de calibração, (4) antes/após cada evento de amostragem e (5) quando um meio de coleta de amostras, diferente do que foi utilizado na calibração original do amostrador, é utilizado para amostragem.

11.2.1 Calibração do padrão de transferência tipo orifício. Calibre o amostrador de grande volume modificado, no campo, usando um padrão de transferência de vazão tipo orifício previamente calibrado. Certifique o padrão de transferência tipo orifício no laboratório contra um medidor roots de deslocamento positivo (ver Figura 6). Uma vez certificado, a recertificação pode ser realizada com baixa frequência caso o orifício seja protegido contra danos. Recertifique o padrão de transferência tipo orifício uma vez por ano utilizando um conjunto de cinco placas de resistência.

[Nota: O conjunto de cinco placas de resistência é usado para alterar a vazão através do orifício de modo que sejam obtidos vários pontos para a curva de calibração do orifício. O seguinte procedimento esboça os passos de calibração do padrão de transferência tipo orifício no laboratório.]

11.2.1.1 Anote a temperatura ambiente (T_1, em °C) e a pressão barométrica (P_b, em mmHg) no Formulário de Dados de Calibração do Orifício (ver Figura 7). Calcule a temperatura ambiente em K (temperatura absoluta) e anote-a no Formulário de Dados de Calibração do Orifício.

$$T_1 \text{ em K} = 273 + T_1 \text{ em °C}$$

11.2.1.2 Prepare o equipamento de calibração do orifício no laboratório conforme ilustrado na Figura 6. Verifique o nível de óleo do medidor roots antes de iniciar. Há três indicadores de nível de óleo, um na extremidade de plástico transparente e dois visores de vidro, um em cada extremidade da câmara de medição.
11.2.1.3 Verifique se não há vazamentos pinçando as mangueiras de ambos os manômetros, bloqueando o orifício com fita celofane, ligando o motor de grande volume e anotando qualquer alteração na leitura do medidor roots. Caso a leitura do medidor se altere, é porque há vazamento no sistema. Elimine o vazamento antes de prosseguir. Caso a leitura do medidor roots permaneça constante, desligue o motor de grande volume, remova a fita celofane e tire as pinças das mangueiras de ambos os manômetros.
11.2.1.4 Instale a placa de resistência n° 5* entre o orifício e a placa adaptadora.
11.2.1.5 Gire os conectores das mangueiras dos manômetros uma volta no sento contrário dos ponteiros do relógio. Certifique-se que todos os conectores estejam abertos.
11.2.1.6 Ajuste os pontos intermediários de ambos os manômetros, deslizando suas escalas móveis até que o ponto zero se nivele com os meniscos. Suavemente, sacuda ou dê batidas para remover quaisquer bolhas de ar e/ou líquido remanescente nos conectores das mangueiras (Caso seja necessário colocar mais líquido nos manômetros, remova os conectores a adicione água pura.)
11.2.1.7 Ligue o motor de grande volume e deixe-o funcionar por 5 minutos a fim de amaciar as escovas do motor. Desligue o motor. Assegure-se que os manômetros estejam zerados. Ligue o motor de grande volume.
11.2.1.8 Anote o tempo, em minutos, necessário para passar um volume conhecido de ar (aproximadamente 5,7 a 8,5 m^3 de ar para cada placa de resistência) através do medidor roots usando o contador do medidor roots e um cronômetro.
11.2.1.9 Anote as leituras de ambos os manômetros – do manômetro de coluna d'água do orifício (ΔH) e do manômetro do medidor roots (ΔP) - no Formulário de Dados de Calibração do Orifício (ver Figura 7).
11.2.1.10 Desligue o motor de grande volume.
11.2.1.11 Substitua a placa de resistência n° 5 pela placa de resistência n° 7.
11.2.1.12 Repita as Seções 11.2.1.3 até 11.2.1.11.
11.2.1.13 Repita para cada placa de resistência. Anote os resultados no Formulário de Dados de Calibração do Orifício (ver Figura 7). É necessário apenas um minuto para o aquecimento do motor. Certifique-se de apertar bem o orifício para evitar quaisquer vazamentos. Também verifique se não há rachaduras nas juntas.

***NT**: O calibrador fabricado pela Energética contém também 5 placas de resistência ao fluxo, mas com 8, 9, 11, 13 e 14 furos, cada furo com diâmetro menor do que o diâmetro dos furos das placas do calibrador de grande volume.

[Nota: A colocação do orifício antes do medidor roots causa uma redução da pressão (abaixo da pressão atmosférica) na entrada do medidor roots, causando assim incorreção no volume medido. O volume medido no medidor roots deve ser corrigido.]

12.2,1,14 Corrija os volumes medidos no Formulário de Dados de Calibração do Orifício:

$$V_p = V_m\left(\frac{P_a - \Delta P}{P_p}\right)\left(\frac{T_p}{T_a}\right)$$

onde: V_p = volume padrão, m^3-padrão
V_m = volume real medido no medidor roots, m^3
P_a = pressão barométrica durante a calibração, mm Hg
ΔP = pressão diferencial na entrada do medidor de volume, mm Hg
P_p = 760 mm Hg
T_p = 273 + 25°C = 298 K
T_a = temperatura ambiente durante a calibração, K

12.2.1.15 Anote o volume padrão no Formulário de Dados de Calibração do Orifício
12.2.1.16 A vazão padrão medida pelo medidor roots pode agora ser calculada usando a seguinte fórmula:

$$Q_p = \frac{V_p}{\theta}$$

onde: Q_p = vazão volumétrica padrão, m^3-padrão/min
Θ = tempo decorrido, min

11.2.1.17 Anote a vazão padrão com aproximação de 0,01 m^3-padrão/min

12.2.1.18 Calcule e anote o valor de $\sqrt{\Delta H\left(\frac{P_1}{P_p}\right)\left(\frac{298}{T_1}\right)}$ para cada vazão padrão.

12.2.1.19 Plote cada valor de $\sqrt{\Delta H\left(\frac{P_1}{P_p}\right)\left(\frac{298}{T_1}\right)}$ (eixo dos y) versus sua vazão padrão associada (eixo dos x) em papel milimetrado e trace uma curva que melhor se ajuste aos pontos plotados.

[Nota: Este gráfico será usado no campo para determinar a vazão em condições padrão.]

11.2.2 Calibração do Sistema de Amostragem de Grande Volume Utilizando o Padrão de Transferência do Orifício

Para este procedimento de calibração, as seguintes condições são consideradas para o campo:

- O amostrador é equipado com uma válvula para controlar a vazão de amostragem.
- A vazão de amostragem é determinada medindo-se a pressão diferencial no orifício usando um manômetro Magnahelic*.
- O amostrador é designado para operar a uma vazão volumétrica padronizada de 0,225 m^3/min, com uma faixa de vazão aceitável dentro de 10 por cento deste valor.
- O padrão de transferência para a calibração de vazão é do tipo orifício. A vazão através do orifício é determinada pela perda de carga causada pelo orifício, medida usando-se um manômetro d'água em U ou equivalente.
- O amostrador e o padrão de transferência do orifício são calibrados para unidades de vazão volumétrica padrão (m^3-padrão por minuto).

*NT: O AMOTOX Energética utiliza um manômetro de coluna d'água para medir a pressão diferencial, em vez de Magnahelic.

- É usado um padrão de transferência do orifício com calibração rastreável ao NIST.
- Um manômetro de água com tubo em U, ou equivalente, com uma faixa de 0 a 40 cm na escala e menor divisão de 1 mm, é usado para medir a pressão no padrão de transferência do orifício.
- Um manômetro Magnahelic, ou equivalente, com faixa de 23 a 254 cm e uma divisão mínima de 5 cm na escala, deve ser usado para medir a pressão diferencial através do orifício do amostrador.
- Um termômetro capaz de medir temperatura na faixa de 0 a 50 ºC com aproximação de ± 1 °C, calibrado anualmente contra padrão reconhecido, é usado.
- Um barômetro aneróide portátil (ou equivalente), capaz de medir pressão barométrica ambiente entre 500 e 800 m Hg, com aproximação de mm Hg, e calibrado anualmente contra um padrão reconhecido, é usado.
- Ferramentas variadas, formulários de calibração ou livro de anotações e fita larga de bombeiro são disponibilizados.

11.2.2.1 Prepare o sistema de calibração como ilustrado na Figura 8. Monitore o fluxo de ar através do sistema de amostragem com um conjunto Venturi/Magnahelic, como ilustrado na Figura 8. Audite o sistema de amostragem no campo uma vez por trimestre usando um padrão de transferência de vazão, conforme descrito no método de Amostragem de Grande Volume da EPA, constante no 40CFR 50. Realize uma calibração pontual antes e após cada coleta de amostra, usando os procedimentos descritos na Seção 11.2.3.
11.2.2.2 Antes de dar início à calibração multipontual, coloque um cartucho de vidro vazio no cabeçote de amostragem e ligue o motor. Abra completamente a válvula de controle da vazão e ajuste o variador de voltagem* de modo que uma vazão correspondente a 110 por cento da vazão desejada (comumente entre 20 e 280 L/min) seja indicada no manômetro Magnahelic (baseado na curva de calibração multipontual previamente obtida). Permita ao motor aquecer-se por 10 minutos e então ajuste a válvula de vazão até atingir a vazão desejada. Desligue o amostrador. Anote a temperatura e pressão ambientes no Formulário de Dados de Calibração no Campo (ver Figura 9).
11.2.2.3 Coloque o padrão de transferência do orifício no cabeçote de amostragem e, com uma mangueira, conecte um manômetro ao espigão do padrão de transferência, como ilustrado na Figura 8. Alinhe bem os o-rings de retenção com o porta-filtro e aperte bem as três presilhas de aperto**. Com uma mangueira, conecte o padrão de transferência a um manômetro de coluna d'água. Acerte o nível do zero no manômetro ou Magnahelic. Engate o Magnahelic ao Venturi do amostrador utilizando os engates rápidos. Ajuste o zero (se necessário) usando o parafuso de ajuste do zero localizado na face do manômetro.
11.2.2.4 Para verificação de vazamentos, bloqueie o orifício com um tampão de borracha, um fita larga ou outro meio adequado. Vede a entrada de pressão com uma tampa de borracha ou dispositivo similar. Ligue o amostrador.

[<u>Cuidado</u>: Evite operar o amostrador por um tempo demasiadamente longo com o orifício bloqueado: Esta precaução reduzirá o risco de que o motor superaqueça devido à falta de ar de resfriamento. Tal superaquecimento pode encurtar a vida útil do motor.}

11.2.2.5 Suavemente sacuda o padrão de transferência e observe se ouve um som de assovio, que pode indicar vazamento no sistema. Um sistema livre de vazamentos não produzirá uma resposta para cima na escala do Magnahelic do amostrador. Vazamentos são geralmente causados por juntas danificadas ou faltantes ou por rosqueamento mal feito ou não bem apertado. Todos os vazamentos devem ser eliminados antes de se proceder com a calibração. Quando se assegurar que o sistema está livre de vazamentos, desligue o amostrador e desbloqueie o orifício. Agora, remova o tampão ou tarugo de borracha do orifício do calibrador.

---

*NT: No AMOTOX Energética a vazão é ajustada apenas por uma válvula de controle, associada a um tubo bypass de entrada de ar. Não há variac no AMOTOX.
**NT: No AMOTOX, a placa adaptadora para o padrão de transferência e a moldura de aperto do filtro são fixadas e apertadas mediante quatro manípulos.

11.2.2.6 Gire a válvula de controle da vazão para a posição abertura total e ligue o amostrador. Ajuste a válvula de controle até que a leitura no Magnahelic atinja 70 polegadas (178 cm). Permita que as leituras do Magnahelic e do manômetro se estabilizem e anote estes valores no Formulário de Dados de Calibração do Padrão de Transferência no Campo (ver Figura 9).
11.2.2.7 Anote a leitura do manômetro sob Y1 e a leitura do Magnahelic sob Y2 no Formulário de Dados de Calibração no Campo. Para a primeira leitura, o Magnahelic deve ainda está indicando 70 polegadas conforme dito acima.
11.2.2.8 Ajuste o Magnahelic em 60 polegadas usando a válvula de controle da vazão do amostrador. Anote as leituras do manômetro (Y1) e do Magnahelic (Y2) no Formulário de Dados de Calibração no Campo (ver Figura 9).
11.2.2.9 Repita os passos acima usando ajustes das leituras no Magnahelic em 50, 40, 30, 20 e 10 polegadas.
11.2.2.10 Gire o variador de voltagem à máxima potência, abra a válvula de controle da vazão e confirme se o Magnahelic indica pelo menos 100 polegadas. Desligue o amostrador e veja se o Magnahelic indique zero.
11.2.2.11 Leia e anote os seguintes parâmetros no Formulário de Dados de Calibração no Campo:

- Número serial do amostrador
- Pressão barométrica ambiente e
- Temperatura ambiente.

11.2.2.12 Remova o cartucho de teste e substitua-o por um cartucho com amostra.
11.2.2.13 Obtenha o certificado de Calibração do Orífício de Grande V0lume fornecido pelo fabricante
11.2.2.14 Caso não sejam realizados pelo fabricante, calcule os valores para cada pressão estática do orifício do calibrador (Coluna 6, cm d'água) no certificado de calibração do fabricante usando a seguinte equação:

$$\sqrt{\Delta H\left(\frac{P_a}{760}\right)\left(\frac{298}{T_a+273}\right)}$$

ondeP_a = pressão barométrica (mm Hg) no momento da calibração do fabricante, mm Hg
T_a = temperatura na hora da calibração, °C

11.2.2.15 Realize uma análise de regressão linear usando os valores na Coluna 7 do Certificado de Calibração do Orifício de Grande Volume, fornecido pelo fabricante, para a Vazão (Q_p) como valores de "X" e os valores calculados como valores de "Y". Da relação, determine a correlação (CC1), intercepto (B1) e a inclinação (M1) para o Padrão de Transferência do Orifício.
11.2.216 Anote estes valores no Formulário de Dados de Calibração no Campo (ver Figura 9).
11.2.2.17 Usando os valores do Formulário de Dados de Calibração no Campo (ver Figura 9), calcule os valores do Manômetro do Orifício (Y3) para cada leitura no manômetro do orifício usando a seguinte equação:

Cálculo de Y3

$$Y3=\sqrt{Y1\left(\frac{P_a}{760}\right)\left(\frac{298}{\{T_a+273\}}\right)}$$

11.2.2.18 Anote os valores obtidos na Coluna Y3 do Formulário de Dados de Calibração no Campo (ver Figura 9).
11.2.2.19 Calcule os valores do Magnahelic do amostrador (Y4) usando a seguinte equação:

Cálculo de Y4

$$Y4 = \sqrt{Y2\left(\frac{P_a}{760}\right)\left(\frac{298}{\{T_a + 273\}}\right)}$$

11.2.2.20 Anote os valores obtidos na Coluna Y4 do Formulário de Dados de Calibração no Campo (ver Figura 9).
11.2.2.21 Calcule a Vazão do Orifício (X1), em m^3-padrão, usando a seguinte equação:
,

$$X_1 = \frac{Y3 - B1}{M1}$$

11.2.2.22 Anote os valores obtidos na Coluna X1, no Formulário de Dados de Calibração no Campo (ver Figura 9).
11.2.2.23 Realize uma regressão linear dos valores na Coluna X1 (em termos de X) e os valores na Coluna Ya (em termos de Y). Anote o coeficiente de correlação (CC2), o intercepto (B2) e a inclinação (M2) no Formulário de Dados de Calibração no Campo.
11.2.2.24 Usando a seguinte equação, calcule o ponto de ajuste ("set point" em inglês) para o manômetro a fim de representar uma vazão desejada.

$$Ponto\ de\ ajuste\ (PA) = \left[\frac{(P_a esperado)}{(T_a esperado)}\left(\frac{T_p}{P_p}\right)[M2(vazão\ desejada) + B2]^2\right]$$

onde:
P_a = pressão atmosférica esperada (P_b), mm Hg
T_a = temperatura ambiente esperada (T_a), °C
M2 = Inclinação da relação desenvolvida
B2 = Intercepto da relação desenvolvida
T_p = temperatura padrão , 25 ºC
P_p = Pressão padrão, 760 mm Hg

11.2.2.25 Durante o monitoramento, calcule a vazão a partir da leitura observada no Magnahelic usando as seguintes equações:

$$Y5 = \left[Leitura\ média\ no\ magnahelic(\Delta H)\left(\frac{P_a}{T_a}\right)\left(\frac{T_p}{P_p}\right)\right]^{1/2}$$

$$X2 = \frac{Y5 - B2}{M2}$$

onde:
Y5 = Leitura corrigida do Magnahelic
X2 = Vazão calculada instantânea, m^3-padrão/min

11.2.2.26 A relação na calibração de um amostrador entre o Padrão de Transferência do Orifício e a vazão através do amostrador é ilustrada na Figura 10.

11.2.3 Auditoria de um ponto só do Amostrador de Grande Volume usando o Padrão de Transferência do Orifício, previamente calibrado

As verificações de um ponto só da calibração são exigidas como segue:

- Antes do início de cada período de 24 horas de amostragem.

- Após cada período de 24 horas de amostragem. A verificação de calibração pós-amostragem pode servir como verificação pré-amostragem para o próximo período de amostragem contanto que o amostrador não seja deslocado.
- Antes de amostragem após uma amostra ser deslocada.

Para amostradores, realize uma verificação de calibração para a vazão operacional antes de cada amostragem de 24 horas e quando exigida conforme esboçado no programa de garantia da qualidade do usuário. A finalidade da verificação é rastrear a estabilidade de calibração do amostrador. Mantenha uma carta controle apresentando a diferença percentual entre as vazões indicadas e medidas pelo amostrador. Esta carta fornece uma referência rápida dos problemas de deriva da vazão do amostrador e é útil para se rastrear o desempenho do amostrador. Um livro de registro (“log book” em inglês) do amostrador ou um formulário de registro de dados pode ser usado para documentar informações de checagem de vazão.

Nesta subseção o seguinte é considerado:

- A vazão através do amostador é indicada pela pressão diferencial no orifício;
- Os amostradores são designados para operar a uma vazão em condições reais de 0,226 m^3/min, com uma flutuação máxima de ± 10 % deste valor;
- O padrão de transferência deve ser um dispositivo com orifício equipado com um adaptador para pressão. A pressão é medida usando-se um manômetro; e
- A relação de calibração do padrão de transferência do orifício é em termos de vazão volumétrica padrão (Q_p).

11.2.3.1 Realize uma auditoria de vazão de um ponto único antes e após cada período de amostragem utilizando o Padrão de Transferência do Orifício (veja a Seção 11.2.1).
11.2.3.2 Antes da auditoria de ponto único, coloque um cartucho de teste no cabeçote de amostragem e ligue o motor do amostrador. Abra totalmente a válvula de controle e ajuste o variador de voltagem de modo que uma vazão de amostragem, correspondendo a 110 % da vazão desejada (geralmente 0,19 a 0,28 m^3/min), seja indicada no manômetro Magnahelic (baseado na curva de calibração mutipontual, previamente obtida). Permita que o motor se aqueça por 10 minutos e então ajuste a válvula de controle da vazão até atingir a vazão desejada. Desligue o amostrador. Anote a temperatura ambiente e a pressão barométrica no Formulário de Dados de Amostragem no Campo (ver Figura 11).
11.2.3.3 Instale o padrão de transferência de vazão no cabeçote do amostrador.
11.2.3.4 Com cuidado alinhe os anéis de retenção com o porta-filtro e mantenha-os apertando as três presilhas. Com uma mangueira, conecte o padrão de transferência de vazão ao manômetro.
11.2.3.5 Com uma mangueira, ligue um terminal ao espigão do padrão de transferência. Deixe o outro terminal do manômetro aberto para a atmosfera;
11.2.3.6 Ajuste o ponto intermediário do manômetro deslizando a escala móvel até que o ponto zero corresponda aos meniscos d’água. Suavemente sacuda ou dê tapinhas para remover qualquer bolha de ar e/ou líquido remanescente nos conectores da mangueira. Caso seja necessário mais líquido, remova o conector da mangueira e adicione água limpa.
11.2.3.7 Ligue o motor do amostrador e deixe-o funcionar por 5 minutos.
11.2.3.8 Anote a pressão diferencial indicada, ΔH, em polegadas d’água, no Formulário de Dados de Amostragem no Campo. Certifique-se que o ΔH tenha se mantido estável.
11.2.3.9 Anote a leitura no manômetro Magnahelic, em polegadas d’água, no Formulário de Dados de Amostragem no Campo. Certifique-se que o ΔH tenha se mantido estável.
11.2.3.10 Usando a curva do Padrão de Transferência do Orifício, previamente estabelecida, calcule Q_{XS} (ver Seção 11.2.2.23).
11.2.3.11 Esta vazão deve estar dentro de ± 10 por cento do ponto de ajuste (PA), normalmente 0,226 m^3/min. Se não, realize uma calibração multipontual do amostrador.
11.2.3.12 Remova o padrão de transferência de vazão e o cartucho adsorvente de teste.

11.3 Coleta de Amostras

11.3.1 Requisitos Gerais

11.3.1.1 O amostrador deve ser instalado numa área desobstruída, pelo menos a 2 metros de qualquer obstáculo ao fluxo de ar. A mangueira de exaustão deve ficar esticada na direção barlavento do vento a fim de evitar reciclagem de ar para o cabeçote do amostrador.
11.3.1.2 Toda a limpeza e colocação e retirada do módulo deve ser conduzida num ambiente controlado, a fim de minimizar qualquer risco de contaminação potencial.
11.3.2.3 Quando um amostrador novo é utilizado ou quando usar o amostrador num local diferente, todas as áreas de contacto com amostras devem ser limpadas. Utilize enxágues triplos de reagente grau hexano contido em frascos de PTFE. Permita que o solvente evapore antes de inserir os módulos EPU.

11.3.2 Preparação do Cartucho para Amostragem

11.3.2.1 Desacople a câmara inferior do cabeçote limpo. Utilizando luvas descartáveis, limpas, livres de fiapos, ou luvas cirúrgicas livres de poeira, remova um módulo adsorvente de vidro limpo de seu recipiente de transporte. Remova as tampas de PTFE. Reponha as tampas no recipiente de amostras para serem usadas novamente após a amostra ter sido coletada.
11.3.2.2 Insira o módulo de vidro na câmara inferior e, com aperto, acople novamente a câmara inferior no módulo.
11.3.2.3 Usando fórceps com pontas de PTFE, limpos ("rinsado" com hexano), cuidadosamente coloque um filtro de fibra de vidro, limpo e previamente condicionado, em cima do porta-filtro e mantenha-o no lugar apertando com presilhas o anel do porta-filtro sobre o filtro. Coloque a cobertura protetora de alumínio no topo do cabeçote do cartucho. Aperte as três presilhas. Certifique-se que todas as conexões do módulo estejam montadas e bem apertadas. Coloque um pedaço pequeno de folha de alumínio na junta esférica do cartucho de amostras a fim de proteger contra difusão de retorno de semivoláteis no cartucho durante o transporte para o local de amostragem.

[Nota: Não fazer assim pode resultar em vazamentos de fluxo de ar em locais pobremente vedados, o que poderia afetar a representatividade da amostra.]

11.3.2.4 Obtenha uma sacola de transporte para levar para o amostrador.

11.3.3 Coleta

11.3.3.1 Após o sistema de amostragem ter sido montado, realize uma verificação de vazão de um único ponto conforme descrito na Seção 11.2.3.
11.3.3.2 Com o módulo de amostras vazio, removido do amostrador, enxágue todas as áreas de contacto com amostras usando hexano grau reagente numa pisseta de PTFE. Permita que o hexano se evapore do módulo antes de inserir a amostra.
11.3.3.3 Com o cartucho de amostras removido do amostrador e a válvula de controle da vazão aberta completamente, ligue o motor e deixe-o funcionar por aproximadamente 5 minutos.
11.3.3.4 Insira um cartucho de amostras de teste carregado com o mesmo tipo de filtro e EPU a serem usados na coleta.
11.3.3.5 Ligue o amostrador e ajuste a válvula de controle da vazão para a vazão desejada como indicado pela leitura no manômetro Magnahelic, determinado na seção 11.2.2.24. Uma vez ajustada a vazão adequadamente, tome extremo cuidado para não alterá-la inadvertidamente.
11.3.3.6 Desligue o amostrador e remova o cartucho de teste. O amostrador está agora pronto para funcionamento no campo.
11.3.3.7 Verifique a leitura do zero no Magnahelic do amostrador. Anote a temperatura ambiente, a pressão barométrica, a leitura do horâmetro, o número de série do amostrador, o número do filtro e o número do cartucho EPU no Formulário de Dados de Amostragem no Campo (ver Figura 11). Insira o cartucho carregado no amostrador.

11.3.3.8 Coloque o variador de voltagem e a válvula de controle de vazão nos valores estabelecido usados na Seção 11.2.3, e a chave liga-desliga. Ligue o horâmetro e anote a hora inicial. Ajuste a vazão (no Magnahelic), se necessário, usando a válvula de controle de vazão.
11.3.3.9 Anote a leitura do Magnahelic a cada 6 horas durante o período de amostragem. Use os fatores de calibração (ver Seção 11.2.2.24) para calcular a vazão desejada. . Anote a temperatura ambiente, pressão barométrica e a leitura do Magnahelic no início e durante a amostragem.

11.3.4 Recolhimento da Amostra

11.3.4.1 No fim do desejado período de amostragem, desligue o amostrador. Cuidadosamente remova o cabeçote de amostragem contendo o filtro e o cartucho adsorvente. Coloque a placa protetora sobre o filtro para proteger o cartucho durante transporte para a área de recolhimento limpa. Também, coloque um pedaço de folha de alumínio em torno do fundo do cabeçote adsorvente do amostrador.
11.3.4.2 Usando um orifício de calibração, realize uma verificação final da vazão calculada do amostrador, como descrito na Seção 11.2.3. Caso a calibração desvie em mais de 10 % da leitura inicial, marque como suspeitos os dados da vazão para aquela amostra e inspecione e/ou remova de serviço. Anote os resultados no Formulário de Dados de Amostragem no Campo, Figura 11.
11.3.4.3 Transporte o cabeçote do amostrador para uma área de recuperação limpa.
11.3.4.4 Usando luvas cirúrgicas de náilon, descartáveis, livres de fiapos, ou livre de poeira, remova o cartucho EPU da câmara inferior do módulo e ponha-o numa folha de alumínio retida na qual a amostra foi originalmente embrulhada.
11.3.4.5 Cuidadosamente, remova o filtro de fibra de vidro da câmara superior usando fórceps limpo com ponta de PTFE.
11.3.4.6 Dobre o filtro pela metade (com o lado da amostra para dentro) e coloque-o no cartucho de vidro por cima da EPU.
11.3.4.7 Envolva as amostras combinadas com a folha de alumínio original “rinsada” com hexano, coloque-as no seu recipiente de amostra *original e feche este com a tampa de PTFE (ver Figura 5b)*. Preencha uma etiqueta de amostra e afixe-a no recipiente de alumínio de transporte.
11.3.4.8 Cadeias de custódia devem ser mantidas para todas as amostras. Guarde os recipientes em gelo seco e proteja-os da luz UV a fim de evitar fotodecomposição dos analitos coletados. Caso o intervalo de tempo entre a coleta da amostra e a análise no laboratório exceda 24 horas, refrigere-a a 4 ° C.
11.3.4.9 Retorne pelo menos um branco do filtro/EPU do campo para o laboratório com cada grupo de amostras. Trate o branco do campo exatamente como uma amostra, exceto que nenhum ar é puxado através do conjunto filtro/cartucho adsorvente.
11.3.4.10 Envie e mantenha as amostras do campo resfriadas (< 4 °C). A extração deve ser realizada dentro de sete dias após a amostragem e a análise, 40 dias após a extração.

12. Procedimento de extração da amostra

[*Nota:* *A extração da amostra deve ser realizada sob uma coifa adequadamente ventilada]*

12.1 Extração da Amostra

12.1.1 Todas as amostras devem ser extraídas dentro de uma semana após a coleta. Todas as amostras devem ser estocadas a < 4 °C até que sejam extraídas.
12.1.2 Toda a vidraria deve ser lavada com um detergente apropriado; “rinsada” com água deionizada, acetona e hexano; “rinsada” novamente com água deionizada; e queimada num forno (500 °C).

12.1.3 Prepare uma solução *spike* para a determinação da eficiênca de extração. A solução *spike* deve conter um ou mais *surrogates* que tenham estruturas químicas e propriedades semelhantes às dos analitos de interesse. Octocloronaftaleno (OCN) e dibutilclorendato têm sido utilizados como *surrogates* para a determinação de pesticidas organoclorados por CG com um DCE. Tetracloro-m-xileno e decaclorobifenila podem também ser usados juntos para assegurar a recuperação de compostos de eluição precoces e tardios. Para pesticidas organofosfatados tributilfosfato e trifenilfosfato devem ser usados como *surrogates*. A solução *surrogate* deve ser preparada de modo que a adição de 100 µL no tarugo EPU resulte num extrato contendo um composto *surrogate* na extremidade alta da faixa de calibração do instrumento. Como exemplo, a solução *spike* para OCN é preparada pela dissolução de 10 mg de OCN em 10 mL de acetona 10 % em n-hexano, seguido pela diluição serial com n-hexano para conseguir um solução *spike* final de OCN de 1 µg/mL.

[*Nota: Use as recuperações dos compostos surrogates para monitorar os efeitos de matriz não usuais e erros grosseiros de processamento de amostras. Avalie a aceitação da recuperação de surrogate determinando se a concentração medida cai dentro dos limites de aceitação de 60 a 120 %.]*

12.1.4 A solução de extração (éter dietílico/hexano 10%) é preparada misturando 1800 mL de hexano recém aberto e 200 mL de éter dietílico recém aberto (preservado com etanol) num frasco.
12.1.5 Toda a vidraria limpa, fórceps e outros equipamentos a serem utilizados devem ser “rinsados” com éter dietílico/hexano 10% e colocado numa folha de alumínio “rinsada” (éter dietílico/hexano 10%) até serem utilizados. As torres de condensação devem também ser “rinsadas” com éter dietílico/hexano 10 %. Então adicione 700 mL de éter dietílico/hexano 10% a um frasco de fundo redondo de 1000 mL e adicione até três grânulos para ebulição/pérola de vidro (“boiling granules” em inglês).
12.1.6 Usando luvas de algodão pré-limpas (por exemplo, com éter dietílico/hexano 10% extraída em Soxhlet), o filtro/cartucho EPU é removido do recipiente vedado, a EPU é removida do cartucho de vidro e o filtro/EPU juntos são colocados num extrator Soxhlet de 300 mL usando fórceps pré-enxaguado.
12.1.7 Antes de iniciar a extração, adicione 100 µL de solução de OCN diretamente em cima do tarugo de EPU.

[*Nota: Incorporar uma concentração conhecida de solução na amostra enseja uma verificação de garantia da qualidade para se determinar a eficiência de recuperação da extração e de processos analíticos.]*

12.1.8 Conecte o extrator Soxhlet ao frasco de fervura de 1000 mL e ao condensador. Umedeça as juntas de vidro com dietil éter/hexano 10% para assegurar uma boa vedação entre as conexões. Se necessário, o tarugo de EPU pode ser ajustado com fórceps de modo a ficar bem encaixado ao longo do sifão. O procedimento acima deve ser seguido para todas as amostras com a inclusão de uma amostra de controle do branco.
12.1.9 O fluxo de água para as torres de condensação do conjunto de extração Soxhlet deve ser verificado e a unidade de aquecimento ligada. Enquanto as amostras fervem, o extrator Soxhlet deve ser inspecionado, assegurando-se que esteja enchendo e sifonando de maneira adequada (4 a 6 ciclos por hora). As amostras devem circular por pelo menos 16 horas.
12.1.10 No fim do processo de extração (mínimo de 16 horas), a unidade de aquecimento é desligada e a amostra é resfriada à temperatura ambiente
12.1.11 Os extratos são então concentrados a 5 mL usando um aparelho Kuderna-Danish (K-D). O K-D é preparado e montado com tubos concentradores, e então “rinsado”. A extremidade inferior do tubo de filtro é recheada com lã de vidro e preenchida com sulfato de sódio a uma profundidade de 40 mm. O tubo de filtração é então colocado no gargalo do K-D. Os extratores Soxhlet e os frascos de fervura são cuidadosamente removidos das torres de condensação e o solvente remanescente é drenado em cada frasco de fervura. O extrato da amostra é cuidadosamente escorrido, através do tubo de filtro, para o K-D. Cada frasco de fervura

é “rinsado” três vezes agitando o hexano ao longo dos lados. Uma vez drenada a amostra, o tubo de vidro é “rinsado” com hexano. Cada coluna Snyder é acoplada ao K-D e “rinsada”, umudecendo-se a junta, para que fique bem vedada. Todo o aparelho K-D é colocado num banho de vapor e a amostra é evaporada a aproximadamente 5 mL.

[<u>Nota</u>: *Não deixe que as amostras evaporem até a secura.]*

Remova a amostra do banho de vapor, “rinse” a coluna de Snyder com um mínimo de hexano e deixe que se resfrie. Ajuste o volume da amostra a 10 mL num tubo concentrador, tampe com uma rolha de vidro e vede com fita fluorcarbono TFE. Alternativamente, a amostra pode ser quantitativamente transferida (com enxágue do tubo concentrador) para *vials* pré-graduados e levada até o volume final. Os extratos concentrados são armazenados a < 4 °C até que sejam analisados. A análise deve ocorrer não mais que 40 dias após a extração da amostra.

12.2 Limpeza da Amostra

12.2.1 Caso sejam procurados apenas compostos polares, um procedimento de limpeza com alumina é apropriado. Antes da limpeza, o extrato da amostra é cuidadosamente reduzido a 1 mL, usando um fluxo suave de nitrogênio puro.
12.2.2 Uma coluna cromatográfica de vidro (DI de 2 mm x 15 cm de comprimento) é recheada com alumina (7), grau atividade IV, e enxaguada com aproximadamente 20 mL de n-hexano. O extrato concentrado da amostra é colocado na coluna e eluído com 10 mL de n-hexano a uma vazão de 0,5 mL/min. O volume eluído é ajustado a exatamente 10 mL e analisado conforme a Seção 13.
12.2.3 Se ambos os PCBs e os pesticidas comuns são pesquisados, podem ser necessários procedimentos alternativos de limpeza (8,9) (por exemplo, ácido silícico).
12.2.4 Finalmente, uma separação de classe e uma especificidade melhorada podem ser conseguidas por limpeza por coluna e separação em Florisil.

13. Procedimento Analítico

13.1 Análise de Pesticidas Organoclorados por Cromatografia a Gás Capilar com Detector por Captura de Elétrons (CG/DCE)

[<u>Nota</u>: *Pesticidas organoclorados, PCBs e muitos pesticidas não clorados respondem à detecção por captura de elétrons (ver Tabela 1). A maioria destes compostos pode ser analisada a concentrações de 1 a 50 ng/mL por CG/DCE. O seguinte procedimento é apropriado. Métodos de amostragem e análises usados para determinar pesticidas e PCBs coletado no ar usando uma modificação desta metodologia têm sido publicados (14-22).]*

13.1.1 Selecione a coluna CG (por exemplo, coluna DB de 0,3 mm por 30 m) e condições de CG apropriadas para separar os analitos alvos. Parâmetros de operação típicos para esta coluna com injeção sem split são: hélio grau cromatografia como condutor a uma vazão de 1 a 2 mL/min e uma pressão de carga na coluna de 7 a 9 psi (48 a 60 kPa), temperatura de injeção a 250 °C, temperatura de detecção a 350 °C, temperatura inicial do forno de 50 °C, mantida por 20 min, incrementada a 15 °C/min até 150 °C por 8 minutos, incrementada a 10 °C/min até 295 °C então mantida por 5 minutos; tempo de purga de 1,0 minuto. Um volume de injeção típico de 2 a 3 μL.
13.1.2 Retire o extrato da amostra do refrigerador e permita que aqueça à temperatura ambiente.
13.1.3 Prepare solução padrão a partir de materiais de referência de pureza conhecida. Padrões analiticamente puros de pesticidas organoclorados e PCBs são encontrados em vários fornecedores comerciais.

13.1.4 Use as soluções padrão dos vários componentes de interesse para determinar os tempos de retenção relativos (TRR) a um padrão interno tal como o p,p'-DDE, aldrin ou octacloronaftaleno. Use injeções de 1 a 3 µL ou outros volumes apropriados.
13.1.5 Determine a linearidade do detector injetando soluções padrão de três concentrações (quantidades) diferentes que englobem a faixa de análises. A calibração é considerada linear se o desvio padrão relativo (DPR) dos três fatores de resposta para os três padrões seja 20 % ou menor.
13.1.6 Calibre o sistema com um mínimo de três níveis de padrões de calibração na faixa linear. O padrão baixo deve estar próximo do limite de detecção do método analítico. A calibração é considerada linear se o desvio padrão relativo (DPR) dos três fatores de resposta para os três padrões seja 20 % ou menor. A calibração inicial deve ser verificada pela análise de um padrão de uma fonte independente. É aceitável uma recuperação de 85 a 115 %. A curva de calibração inicial deve ser verificada no início de cada dia e após cada dez amostras, pela análise do padrão do ponto intermediário; é aceitável um DPR de 15 % ou menor para se continuar a usar a curva de calibração inicial.
13.1.7 Injete 1 a 3 µL de extrato de amostra. Anote o volume injetado com aproximação de 0,05 µL.
13.1.8 Uma resposta típica de DCE para uma mistura de componentes pesticidas simples usando uma coluna capilar é ilustrada na Figura 12. Se a resposta (altura ou área de pico) exceder a faixa de calibração, dilua o extrato e reanalise.
13.1.9 Quantifique as misturas de PCB comparando as alturas ou áreas totais dos picos do CG (mínimo de cinco) com os picos correspondentes no padrão de melhor ajuste. Use Aroclor 1242 para as eluições precoces de PCBs e Aroclor 1254 ou Aroclor 1260, conforme apropriado, para as eluições tardias de PCBs.
13.1.10 Se ambos os PCBs e pesticidas organoclorados estiverem presentes na mesma amostra, use separação cromatográfica por coluna em ácido silícico (8,9) antes das análises com o CG.
13.1.11 Caso estejam presentes compostos polares, que interfiram com as análises com o CG/DCE, use limpeza cromatográfica ou alumina (7), grau atividade IV, de acordo com a Seção 12.2.
13.1.12 Para confirmação, utilize uma segunda coluna de CG, como, por exemplo, uma DB-608. Todos os procedimentos, exceto o de GC/EM, requerem uma segunda confirmação por coluna.
13.1.13 Para uma melhor resolução, utilize uma coluna capilar, tal como uma com DI de 0,25 mm x DB-5 de 30 m, com 0,25 µm de espessura. As seguintes condições são apropriadas:

- Hélio a 1 mL/min como gás de arraste.
- Programa de temperatura da coluna, 90°C (4 min)/16°C/min a 154°C/4°C/min a 270°C
- Detector DCE de ^{63}Ni a 350°C.
- Gás de composição, nitrogênio, ou metano 5%/argônio 95% a 60 mL/min.
- Injeção sem split, máximo 2 µL.
- Temperatura do injetor, 20 °C.

13.1.14 Separação de classe e especificidade melhorada podem ser obtidas por separação cromatográfica por coluna em Florisil (9).
13.1.15 Um detector de condutividade eletrolítica Hall (DCEH), operado no modo redutivo, pode substituir o DCE para se obter especificidade melhorada.

13.2 Análises de Pesticidas Organofosforados por Cromatografia a Gás Capilar com Detectores Fotométricos de Chama ou Nitrogênio-Fósforo (CG/DFC/DNF)

[Nota: Pesticidas organofosforados respondem bem a detectores fotométricos de chama e de nitrogênio-fósforo (ionização por chama alcalina). A maioria destes compostos pode ser analisada em concentrações de 50 a 500 ng/mL utilizando qualquer um dos detectores.]

13.2.1 Procedimentos apresentados nas Seções 13.1.1 a 13.1.9 e Seções 13.1.13 a 13.1.14 se aplicam, exceto para a seleção de *surrogates.*
13.2.2 Use tributilfosfato, trifenilfosfato ou outro(s) compostos) apropriado(s) como *surrogate(s)* a fim de verificar a eficiênca de extração e para determinar TRRs.

13.3 Análise de Pesticidas Carbamato e da Ureia por Cromatografia Gasosa Capilar com detector de Nitrogênio-Fósforo

13.3.1 Trazina, carbamato e pesticidas de uréia podem ser determinados por CG capilar (fase estacionária DB-5, DB-17 ou DB-1701) usando detector de nitrogênio-fósforo ou EM-MMI com limites de detecção na faixa de 0,05 a 0,2 µL/mL. Procedimentos apresentados nas Seções 13.1.1 a 13.1.9 e Seções 13.1.13 a 13.1.14 se aplicam, exceto para a seleção de surrogates, detector e gás de preparação ("make-up" em inglês).
13.3.2 A degradação térmica pode ser minimizada reduzindo-se a temperatura de injeção para 220°C. Pode também ser usado o CLAD, mas os limites de detecção serão maiores (1 a 5 µg/mL).
13.3.3 Carbamatos N-metílicos podem ser determinado usando-se cromatografia a líquido de alto desempenho de fase reversa.(CLAD) (C-18) (Seção 13.4) e derivatização pós-coluna com o-fitaldeído e detecção por fluorescência (EPA Método 531). Limites de detecção de 0,01 a 1 µg/mL podem ser alcançados.

13.4 Análise de Piretróides e Pesticidas Carbamato, da Ureia e Fenólicos por Cromatografia Líquida de Alto Desempenho (CLAD)

[*Nota: Muitos pesticidas de carbamato, pesticidas de ureia, piretrinas, fenóis e outros pesticidas polares podem ser analisados por alto CLAD com detecção por UV com comprimento de onda fixo ou variável. Pode ser usada cromatografia de fase reversa ou de fase normal. Os limites de detecção são 0,2 a 10 µg/mL de extrato.]*

13.4.1 Selecione a coluna do CLAD (por exemplo, Zorbax-SIL, DI de 46 mm x 25 cm, ou µ-Bondapak C18, 3,9 mm x 30 cm, ou equivalente).
13.4.2 Selecione o sistema de solvente (por exemplo, misturas de metanol ou acetonitrila com água ou misturas de heptano ou hexano com isopropanol).
13.4.3 Siga os procedimentos analíticos dados nas Seções 13.1.2 a 13.1.9.
13.4.4 Caso haja interferentes, ajuste a composição do sistema de solvente do CLAD ou utilize limpeza da cromatografia de coluna com sílica-gel, alumina ou Florisil (9).
13.4.5 Pode-se usar um detector eletroquímico para melhorar a sensibilidade para alguns carbonatos, uréias e fenólicos. Muito mais cuidado é necessário ao usar este detector, particularmente na remoção o oxigênio dissolvido da fase móvel e extratos de amostras.
13.4.6 O clorofenol (di- até penta) pode ser analisado por CG/DCE ou CG/EM após a derivatização com pentafluorobenzilbrometo (EPA método 515). Tem-se mostrado que colunas DB-5 e DBJ-1701 (DI de 0,25 mm x 30 m) a 60 a 300 °C/4°C por minuto funcionam bem.

13.5 Análise de Pesticidas e PCBs por Cromatografia com Detecção por Espectrometria de Massa (CG/EM)

[Nota: Um espectrômetro de massas operando no modo de monitoramento de íon seletivo é útil para confirmação e identificação de pesticidas.]

13.5.1 Um espectrômetro de massas operando no modo de monitoramento de íon seletivo (MMI) pode ser utilizado como um detector sensível para determinação multi-resíduo de uma vasta variedade de pesticidas. Hoje há espectrômetros de massas que fornecem limites de detecção comparáveis aos detectores de nitrogênio-fósforo e de captura de elétrons.

13.5.2 A maioria dos pesticidas mostrados na Tabela 1 tem sido determinada com sucesso por CG/EM-MMI. Os parâmetros de operação típicos do CG estão descritos na Seção 13.1.1.
13.5.3 O espectrômetro de massas é tipicamente operado usando-se ionização (70 eV) de impacto de elétrons de íons positivos. Outros parâmetros instrumentais são específicos de cada instrumento.
13.5.4 p-Terfenil-d_{14} é comumente usado como *surrogate* para análise com CG/EM.
13.5.5 A quantificação é tipicamente realizada usando-se um método de padrão interno. 1,4-Diclorobenzeno, naftaleno-d_8, acenaftaleno-d_{10}, criseno-d_{12} e perileno-d_{12} são comumente usados como padrões internos. Os procedimentos dados nas Seções 13.1.1 a 13.1.9 e nas Seções 13.1.13 a 13,1,14 se aplicam, exceto para a seleção de *surrogates*, detectores e gases de preparação.
13.5.6 Consulte a ASTM Prática D 3687 para ver técnicas de injeção, determinação de tempos de retenção relativos e outros procedimentos pertinentes às análises com CG e CLAD.

13.6 Concentração de Amostras

13.6.1 Caso a concentração seja muito baixa para se detectar pelo procedimento analítico escolhido, o extrato pode ser concentrado para 1 mL ou 0,5 mL, controlando-se cuidadosamente a evaporação sob atmosfera inerte. Os seguintes procedimentos são apropriados.
13.6.2 Coloque o tubo do concentrador K-D em banho-maria e evaporador analítico (descarga de nitrogênio). A temperatura do banho-maria deve ficar entre de 25°C e 50°C.
13.6.3 Ajuste o fluxo de nitrogênio através de uma agulha hipodérmica, gerando uma corrente suave.
13.6.4 Cuidadosamente, insira a agulha hipodérmica dentro do tubo do concentrador até uma distância de 1 cm acima do nível do líquido.
13.6.5 Continue ajustando a colocação da agulha à medida que o nível do líquido abaixa.
13.6.6 Reduza o volume até um pouco abaixo do nível desejado.
13.6.7 Ajuste o volume final “rinsando” cuidadosamente e bem a ponta da agulha e o tubo do concentrador com o solvente (geralmente o n-hexano).

14. Cálculos

14.1 Determinação da Concentração

14.1.1 A concentração do analito na solução do extrato pode ser determinada a partir de uma curva padrão onde a altura do pico ou a área é plotada linearmente contra a concentração em nanogramas por mililitro (ng/mL). Caso a resposta do detector se demonstre linear, utiliza-se um ponto singular como constante de cálculo.
14.1.2 Da curva padrão, determina-se os nanogramas do padrão analito equivalente à altura do pico ou área para um determinado composto.
14.1.3 Verifique se o branco do campo está contaminado. Níveis do branco não devem exceder 10 ng/amostra para pesticidas organoclorados ou 100 ng/amostra para PCBs e outros pesticidas. Caso o branco tenha sido contaminado, a série de amostras deve ser considerada sob suspeita.

14.2 Equações

14.2.1 A quantidade de composto na amostra (A) é calculada usando-se a seguinte equação:

$$A = 1000\left(\frac{A_S x V_e}{V_i}\right)$$

Onde
A = quantidade total de analito na amostra, ng

A_S= quantidade calculada de material injetado no cromatógrafo baseada na curva de calibração para padrões injetados, ng

Ve = volume final de extrato, mL
Vi = volume de extrato injetado, µL
1000 = fator para conversão de microlitros em mililitros

14.2.2 A eficiência de extração (EE) é determinada a partir da recuperação de *spike surrogate* como segue:

$$EE(\%) = \left[\frac{S}{S_a}\right][100]$$

onde:

EE = eficiência de extração, %
S = quantidade de *spike* recuperada, ng
As = quantidade de *spike* adicionada ao tarugo (EPU), ng

14.2.3 O volume total de ar amostrado sob condições ambientes é determinado usando-se a seguinte equação:

$$V_a = \frac{\sum_{i=1}^{n}(T_i x F_i)}{1000 L_{m^3}}$$

onde:

V_a = volume total de ar amostrado. m^3
T_i = comprimento do segmento de amostragem entre checagens de vazão, min
F_i = vazão média durante o segmento de amostragem, L/min

14.2.4 O volume de ar é corrigido para as condições padrão da EPA, ou seja, temperatura 25°C e pressão 760 mm Hg, como segue:

$$V_S = V_a\left(\frac{P_b - P_w}{700\ mm\ Hg}\right)\left(\frac{298\ K}{t_A}\right)$$

onde:

V_a = volume de ar nas condições padrão (25ºC e 760 mm Hg), m^3 padrão
V_S = volume total de ar amostrado, m^3
P_b = pressão barométrica ambiente média, mm Hg
P_w = pressão de vapor de água à temperatura de calibração, mm Hg
t_A = temperatura ambiente média, ºC + 273

14.2.5 Se os critérios apropriados para uma amostra forem satisfeitos, a concentração do composto num metro cúbico padrão de ar amostrado é calculado como segue:

$$C_a\left(\frac{ng}{m^3 padrão}\right) = \left[\frac{(A)}{(V_S)}\right]$$

Se for desejado converter o valor da concentração de ar para partes por trilhão (ppt) em ar seco nas condições padrão de temperatura e pressão, a seguinte conversão é usada:

$$ppt = 0{,}844\ (C_a)$$

A concentração do ar pode ser convertida para partes por trilhão (v/v) no ar em condições padrão como segue:

$$pptv = \left[\frac{(24{,}45)(C_a)}{(MW)}\right]$$

onde:

MW = peso molecular do composto de interesse, g/g-mol

14.2.6 Caso a quantificação seja realizada usando um padrão interno, o fator de resposta relativa (FRR) é calculado pela equação:

$$FRR = \left[\frac{CI_S)(C_{iS})}{(I_{iS})(C_S)}\right]$$

onde:

I_S = área integrada do pico do analito alvo, contagem
FRR = fator de resposta relativa (ver Seção 14.2.7)

15. Critérios de Desempenho e Garantia da Qualidade

[<u>*Nota:*</u> *Esta seção relaciona as medidas necessárias de garantia da qualidade (GQ) e fornece orientação com respeito aos critérios de desempenho que devem ser satisfeitos dentro de cada laboratório.]*

15.1 Procedimentos de Operação Padrão (POP)

15.1.1 Os usuários devem gerar POPs descrevendo as seguintes atividades realizadas (1) montagem, calibração e operação do sistema de amostragem, com a marca e o modelo do equipamento usado; (2) preparação, purificação, armazenagem e manuseio de cartuchos de amostras; (3) montagem, calibração e operação do sistema analítico, com a marca e o modelo do equipamento usado; e (4) todos os aspectos de registro e processamento de dados, incluindo listas de *hardware* e *software* utilizados.
15.1.2 Os POPs devem conter instruções passo a passo e devem estar realmente disponíveis e serem entendidos pelo pessoal do laboratório que está conduzindo o trabalho.

15.2 Brancos do Processo, Campo e Solvente

15.2.1 Um filtro/cartucho de EPU de cada batelada de aproximadamente 20 deve ser analisado, sem transporte para o campo, para os compostos de interesse, servindo assim como um branco do processo.
15.2.2 Durante cada episódio de amostragem, pelo menos um filtro/cartucho de EPU deve ser enviado para o campo e retornado, sem puxar-se ar através do amostrador, para servir como branco do campo.
15.2.3 Antes de cada episódio de amostragem, um tarugo de EPU de cada batelada de 20 deve ser contaminado com uma quantidade conhecida de solução padrão. O tarugo contaminado permanecerá num recipiente selado e não será utilizado durante o período de amostragem. O tarugo contaminado é extraído e analisado com as outras amostras. Este *spike* do campo funciona como verificação de garantia da qualidade para determinar recuperações de *spike* de matriz e para indicar degradação de amostras.

12.2.4 Durante a análise de cada batelada de amostras, pelo menos um branco do processo com solvente (todos os passos conduzidos, sem a inclusão de nenhum filtro/cartucho de EPU) deve ser conduzido através do procedimento e analisado.
12.2.5 O nível para os brancos do processo, campo e solvente não deve exceder 10 ng/amostra para componentes simples, ou 100 ng/amostra para misturas de componentes múltiplos (por exemplo, para pesticidas organoclorados e PCBs).

15.3 Precisão e Exatidão do Método

15.3.1 A precisão e exatidão neste tipo de procedimento analítico dependem da precisão e exatidão de procedimento analítico para cada componente de interesse, bem como da precisão e exatidão do processo de amostragem.
15.3.2 Muitos parâmetros diferentes, envolvidos nos passos de ambas a amostragem e a análise, coletivamente determinam a precisão e exatidão com os quais cada composto é detectado. À medida que o volume de ar amostrado aumenta, a sensibilidade de detecção aumenta proporcionalmente dentro de limites estabelecidos por: (a) a eficiência de retenção para cada componente específico retido no tarugo de espuma de poliuretano e (b) a interferência de fundo associada com a análise de cada componente específico num dado local amostrado. A sensibilidade de detecção de amostras recuperadas por extração depende de: (a) a resposta inerente do detector do CG utilizado no passo determinativo e (b) a extensão à qual a amostra é concentrada para análise. É da responsabilidade do(s) analista(s) que realiza(m) os passos da amostragem e análise ajustar os parâmetros de modo que os limites de detecção sejam obtidos.
15.3.3 A reprodutibilidade deste método para a maioria dos compostos para os quais ela tem sido avaliada tem sido determinada na faixa de ± 5 a ± 125% (medida em termos de desvio padrão relativo) quando são usados cartuchos de amostragem como replicatas (N>5). As recuperações de amostras para componentes individuais geralmente caem dentro da faixa de 90 a 110%, porém recuperações de 65 a 125% são consideradas aceitáveis.

15.4 Segurança do Método

15.4.1 O procedimento pode envolver materiais, operações e equipamentos perigosos. Este método não tem a intenção de abordar todos os problemas de segurança associados com seu uso.
15.4.2 É da responsabilidade dos usuários consultar e estabelecer práticas de segurança e de saúde apropriadas e determinar a aplicabilidade de limitações regulatórias antes da implementação do procedimento. Isso deve ser parte do manual de POPs do usuário.

16. Referências

1. Riggin, R. M. *Compendium of Methods for the Determination of Toxic Organic Compounds in Ambient Air*, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring Systems Laboratory, Quality Assurance Division, research Triangle Park, NC, EPA-600/4-84-041, Arbil 1984.

2. Winberry, W.T.Jr., et al., “Determination of Benzo(a)Pyrene and Other Polynuclear Aromatic Hydrocarbons (PAHs) in Ambient Air Using Gas Chromotographic (GC) and High Performance Liquid Chromatographic (HPLC) Analysis: Method TO-13”, in *Compendium of Methods for the Determination of Toxic Organic Compounds in Ambient Air, Second Supplement,* U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring Systems Laboratory, Quality Assurance Division, Research Triangle Park, NC, EPA-600/4-89-018. March 1989.

3. Winberry, W.T.Jr., et al., Determination of Organochlorine Pesticides in Indoor Air: Method IP-8”, in *Compendium of Methods for the Determination of Air Pollutant in Indoor Air,* U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC, EPA-600/4-90-101, May 1990.

4. “Standard Practice for Sampling and Analysis of Pesticides and Polychlorinated Biphenyls in Air”, *Annual Book of ASTM Standards*, Method D4861-94, ASTYM, Philadelphia, PA

5. Lewis, R., and MacLeod, K., “Portable Sampler for Pesticides and Semi-Volatile Industriall Organic Chemicals in Air”, *Anal. Chem*., Vol. 54, 1982, PP. 310-315.

6. Winbery, W.T.jr., et al., “Determination of Organochlorine Pesticides in Ambient Air Using Low Volume Polyurethane Foam (PUF) Sampling with Gas Chromatography/Electron Capture Detector (GC/ECD): Method TO-10, in *Compendium of Methods for the Determination of Toxic Organic Compounds in Ambient Air, Second Supplement,* U.S. Environmenal protection Agnecy, research triangle park, NC, EPA-600/4-89-018. March 1989.

7. Lewis, J., and Brown, A., and Jackson, M., “Evaluation of Poluyurethane Foam for Sampling of Pesticides, Polychlonated Biphenyls and Polychlorinated Naphtalenes in Ambient Air”, *Anal. Chem*., Vol.49, 1977, pp. 1668-1672

8. Armour, J., and Burke, J., “Methods for Separating Polychlonated Biphenyls from DDT and Its Analogs”, *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, Vol. 53, No. 4, 1970, pp. 761-768.

9. Manual of Analytical Methods for the Analysis of Pesticides in Human and Environmentall Samples, U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC, EPA-600/8-80-038, June 1980 (NTIS No. PB82-208752).

10. *Carcinogens – Working with Carcinogens,* Department of Health, Education, and Welfare, Public Health Service, Center of Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, Publication No. 77-206, August 1977

11. OSHA Safety of Health Standards, General Industry, (29CFR1910), Occupational Safety and Health Administration, OSHA, 2206, Revised, January 1976.

12. “Safety in Academic Chemistry Laboratories”, American Chemical Society Publication, Committee on Chemical Safety, 3rd Edition, 1979.

13. Kogan, V., Kuhlman, M., Coutant, R., and Lewis, R., ”Aerosol Filtration in Sorbent Beds”, *Journal of the Air and Waste Management Association*, Vol. 43, 1993, pp. 1367-1373.

14. Lewis, R., and Lee, R., “Air Pollution from Pesticide Sources, Occurences and Dispersion”, in: *Air Pollution from Pesticides and Agricultural Processes*, Lee, R., Editor, CRC Press, Boca raton, FL, 1976, pp. 51-94.

15. Lewis, R., “Problem Associated with Sampling from Semi-Volatile Organic Chemicals in Air”, in *Proceedings of the 1986 EPA/APCA Symposium on Measurement of Toxic Air Pollutants*, Air and Waste Management Association, Pittsburgh, PA, 1986, pp. 134-145

16. Camann, D., Harding, J., and Lewis, R., “Trapping of Particle-Associated Pesticides in Indoor Air by Polyurethane Foam and Evaporation of Soil Track-in as a Pesticide Source”, *Indoor Air ’90*, Vol. 2, Walkinshaw, D., Editor, Canada Mortgage and Housing Corp., Ottawa, 1990, pp. 621-626.

17. Marple, V., Rubow, K., Turner, W., and Spengler, J., “Low Flow Rate Sharp Cut Impactors for Indoor Air Sampling Design and Calibration”, *Journal of the Air Pollution Control Association*, Vol. 37, 1987, pp. 1303-1307.

18. Hsu, J., Wheeler, H., Camann, D., Shattenberg, H., Lewis, R., and Bond, A., “Analyticall Methods for Detection of Non-Occupational Exposure to Pesticides”, *Journal of Chromatographic Science*, Vol. 26, 1988, pp. 181-189.

19. Lewis, R.G., and Jackson, M.D., Modification and Evaluation of a High-Volume Air Sampler for Pesticides and Semi-Volatile Industrial Organic Chemicals”, Anal. Chem., 54, 592-594, 1982.

20. Lewis, R.G., Jackson, M.D., and Macleod, K.E., “Protocol for Assessment of Human Exposure to Airborne Pesticides”, U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC, EPA-600/2-80-180. May 1980.

21. Riggin, R.M., *Technical Assistance Document for Sampling and Analysis of Toxic Organic Compounds in Ambient Air*, U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC, EPA-600/4-83-027, 1983.

22. ‚Longbottom, J.E., and Lichtenberg, J.J., “Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater”, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, OH, EPA-600/4-82-057, May 1982.

TABELA 1 COMPOSTOS PARA OS QUAIS HÁ PROCEDIMENTOS TESTADOS

Composto	Análise reco-mendada	Composto	Análise Recomendada
Alaclor	CG/DCE	Folpet	CG/DCE
Aldrin	CG/DCE	Heptacloro	CG/DCE
Aletrin	CLAD/UV	Heptacloro epóxido	CG/DCE
Aroclor 1242	CG/DCE	Hexaclorobenzeno	CG/DCE
Aroclor 1254	CG/DCE	Lindano (γ-BHC)	CG/DCE
Aroclor 1260	CG/DCE	Linuron	CLAD/UV
Atrazina	CG/DNF	Melation	CG/DNF ou DFC
Bendiocarb	CLAD/UV	Metil paration	CG/DNF ou DFC
BHC (α eβ-Hexaclorociclohexanos	CG/DCE	Metoxicloro	CG/DFC
Captano	CG/DCE	Mexacarbato	CG/DFC
Carbarilo	CLAD/UV	Mirex	CG/DFC
Carbofurano	CLAD/UV	Monuron	CLAD/UV
Clorodano, técnico	CG/DCE	Trans-nonacloro	CG/DCE
Clorotalonilo	CG/DCE	Oxiclorodano	CG/DCE
Clorotoluron	CLAD/UV	Pentaclorobenzeno	CG/DCE
Cloropiritos	CG/DCE	Pentaclofenol	CG/DCE
2,4-D ésteres e sais	CG/DCE	Permetrin (cis e trans)	CLAD/UV
Dactal	CG/DCE	o-fenilfenol	CLAD/UV
ρ,ρ-DDT	CG/DCE	Forato	CG/DNF ou DFC
ρ,ρ-DDE	CG/DCE	Propazina	CG/DNF
Diazinon	CG/DCE ou DFC	Propoxur (baygon)	CLAD/UV
Diclorano	CG/DCE	Piretrin	CLAD/UV
Dieldrin	CG/DCE	Resmetrin	CLAD/UV
Dicofol	CG/DCE	Ronnel	CG/DCE
Dicrófotos	CLAD/UV	Simazina	CLAD/UV
Diuron	CLAD/UV	Terbutiuron	CLAD/UV
Etil paration	CG/DNF ou DFC	Trifluralina	CG/DCE
Fenvalerato	CLAD/UV		
Fluometuron	CLAD/UV		

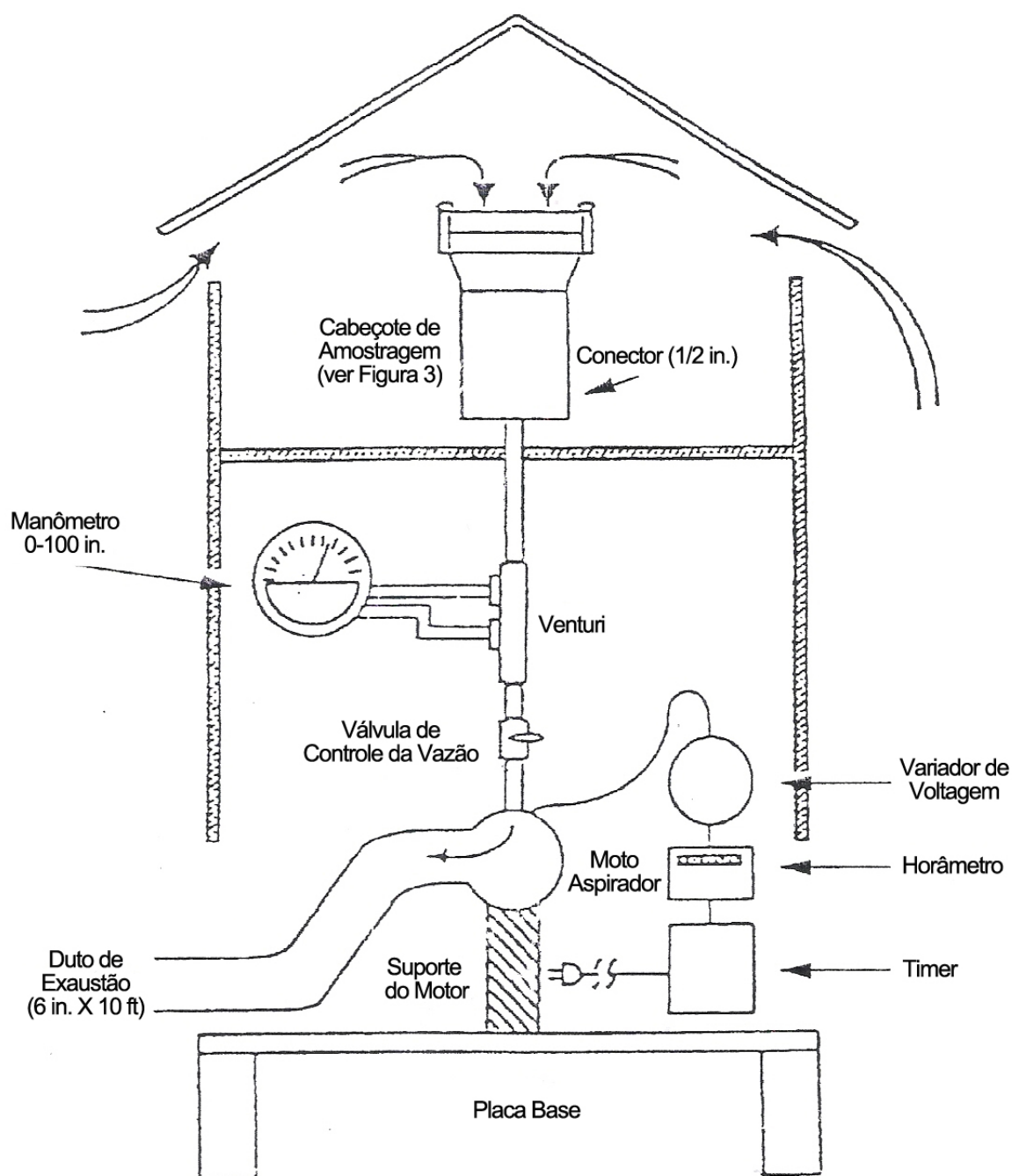



Figura 1. Típico amostrador de ar de grande volume para o monitoramento de pesticidas comuns e PCBs

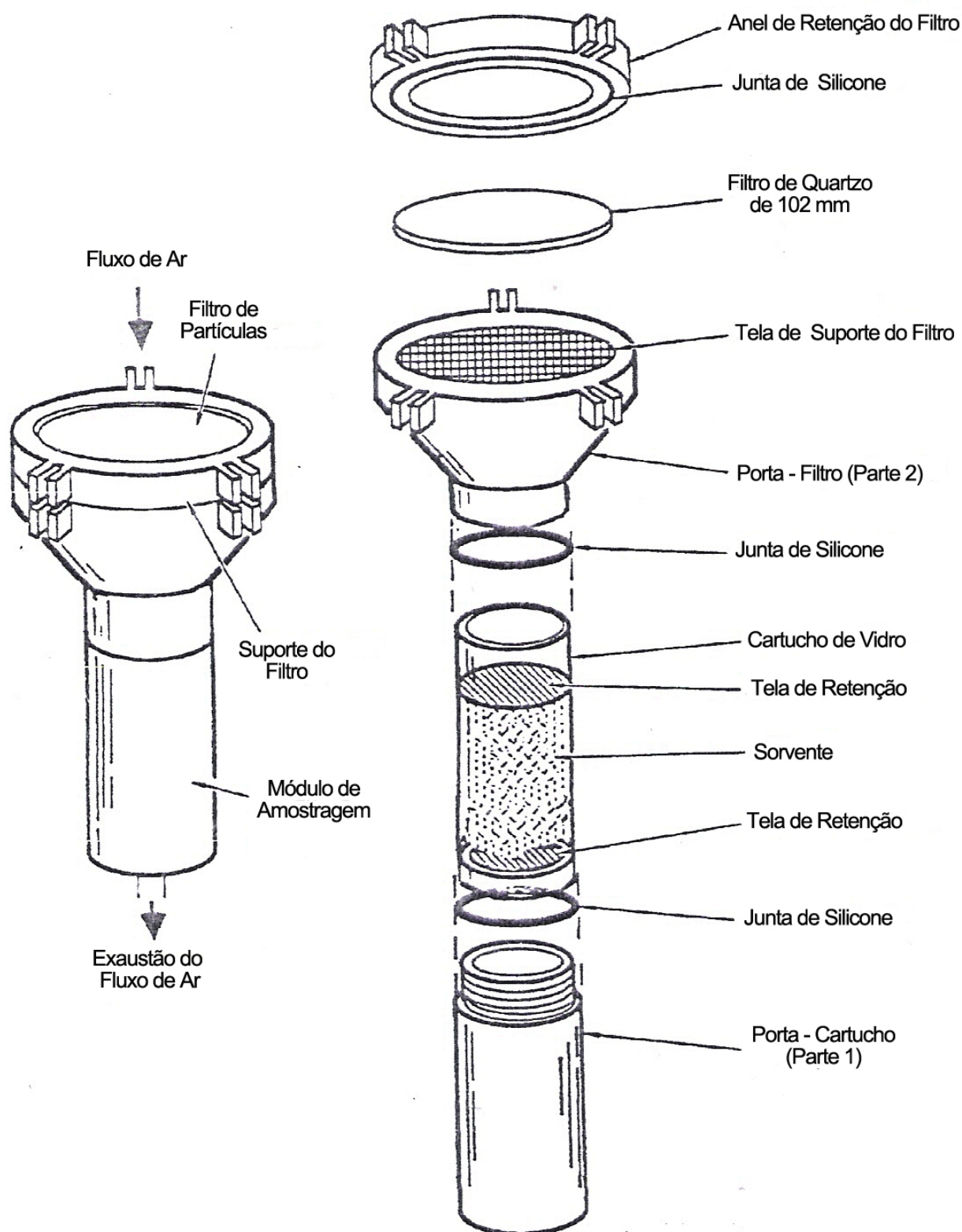



Figura 2. Típico conjunto de cartucho adsorvente para amostragem de pesticidas comuns e PCBs

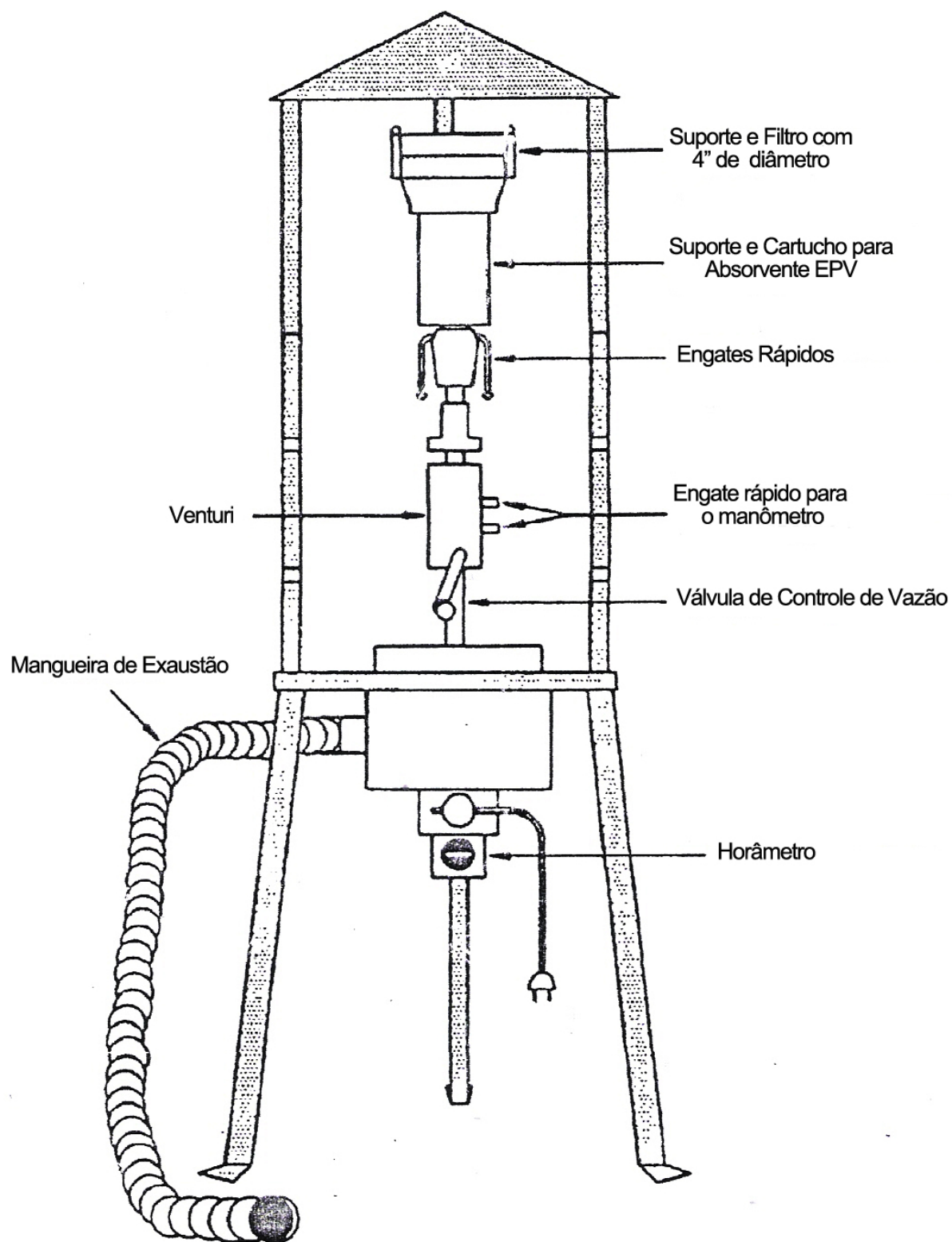



Figura 3. Amostrador de ar de grande volume portátil desenvolvido pela EPA

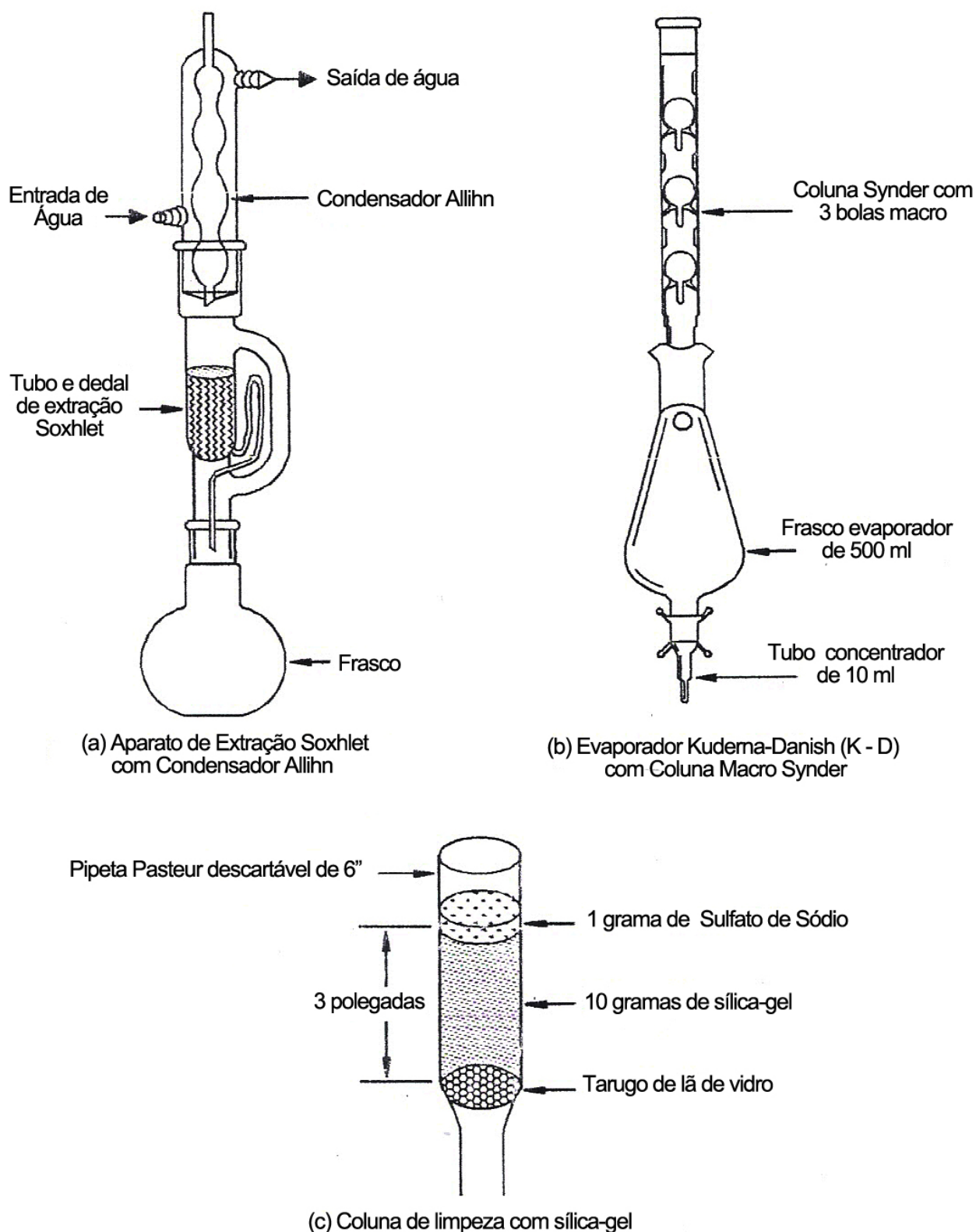



Figura 4. Aparelhagem utilizada para limpeza e extração de amostras

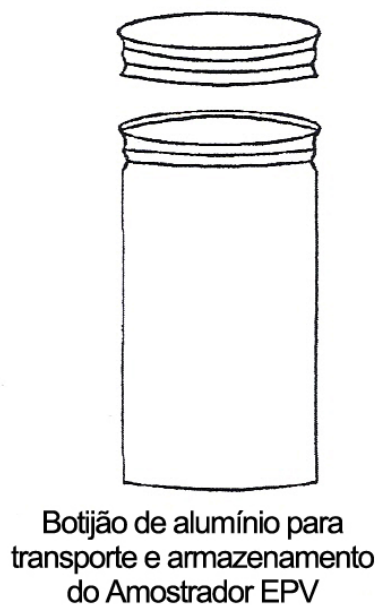
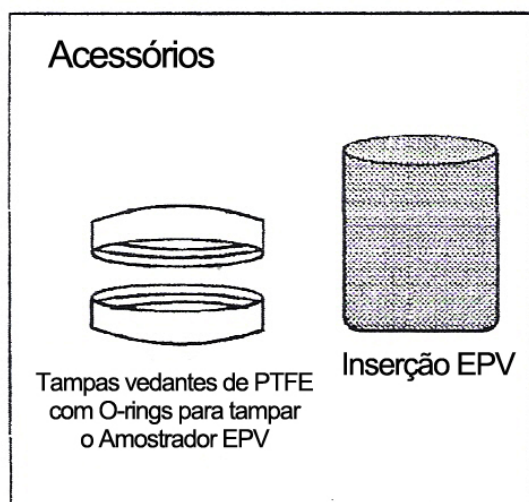
5a. Cartucho EPV de vidro, tarugo e tampas

5b. Recipiente para transporte de EPV

Figura 5. Cartucho de EPU de vidro (5a) e recipiente de transporte (5b) para utilização com sistemas de amostragem de grande volume

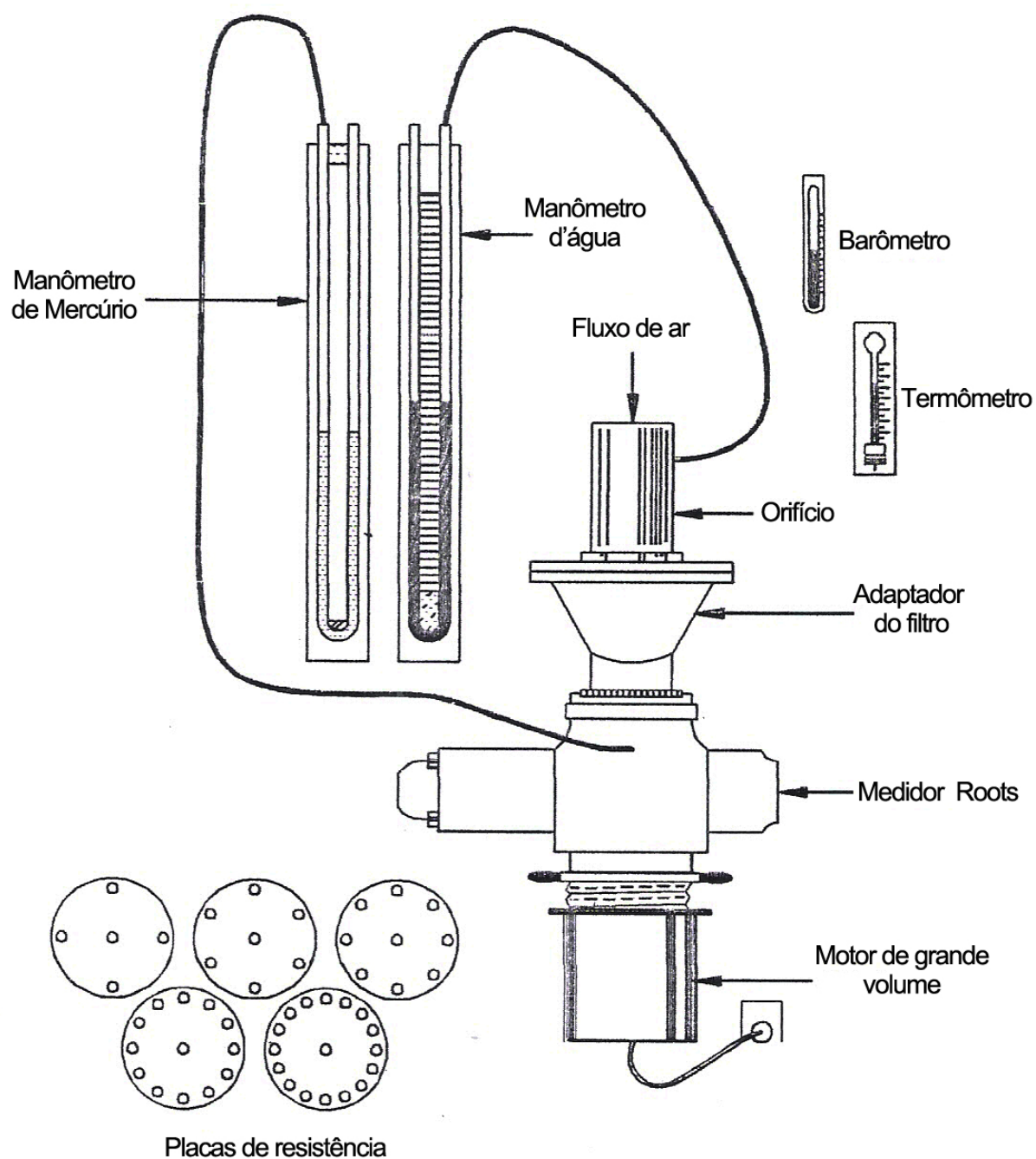



Figura 6. Medidor roots de deslocamento positivo utilizado na calibração de padrão de transferência de vazão do tipo orifício

COMPENDIUM MÉTODO TO-4ª
FORMULÁRIO DE DADOS DE CALIBRAÇÃO DO CALIBRADOR DE ORIFÍCIO

T_1 ________________________ Nome: ________________________________
P_1:__________________________ mm Hg Data: ________________________________

N° do calibrador: ______________

N° do medidor roots: ___________

Placas Resitência (n° furos)	(R^3)	(m^3)	Volume Padrão V_{std} (m^3padrão)	Tempo para volume de ar passar através do roots, Θ (min)	Pressão diferencial do medidor roots ΔP (mm Hg)	Perda de carga através do orifício ΔH (pol H_2O)	Eixo-X Vazão padrão, Q_{std} (m^3padrão/min)	Eixo –Y Valor $\sqrt{\Delta H\left(\frac{P_1}{P_{std}}\right)\left(\frac{298}{T_1}\right)}$

$$Fatores = \ (R^3)\left(0{,}02832\frac{m^3}{R^3}\right) = m^3 e\ (pol\ Hg)25{,}4\left(\frac{mm\ Hg}{pol\ Hg}\right) = mm\ Hg$$

Equações de cálculo:

1. $$V_{std} = V_m\left(\frac{P_{1-\Delta P}}{P_{std}}\right)\left(\frac{T_{std}}{T_1}\right)$$

onde:

T_{std} = 296 K
P_{std} = 760,0 mm Hg

2. $$Q_{std} = \frac{V_{std}}{\theta}$$

Figura 7. Formulário de dados de calibração do orifício

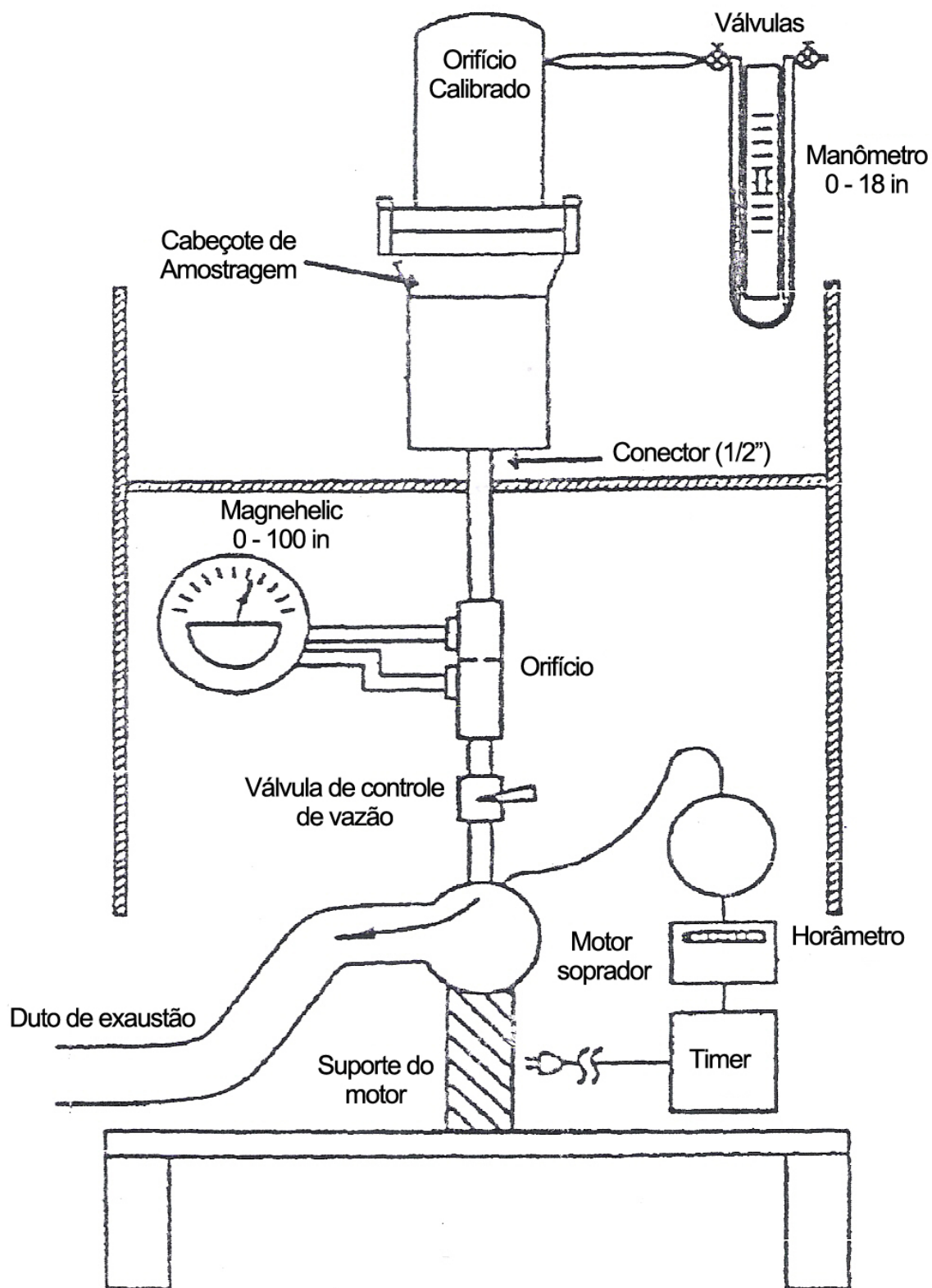



Figura 8. Configuração de calibração no campo do amostrador de grande volume para pesticidas comuns e PCBs

COMPENDIUM MÉTODO TO-4A
FORMULÁRIO DE DADOS PARA CALIBRAÇÃO DO AMOSTRADOR NO CAMPO

Amostrador n° ________________________ n° do Calibrador de Orifício: ______________
Local do amostrador:____________________ n° do serviço: ___________________________
Dados do calibrador de orifício:
Coeficiente de correlação: CC1:____________ Inclinação (M1):_______________
CC2:____________ (M2):_______________
Intercepto (B1):_______________
(B2):_______________

Data de calibração:_________ Hora:____________
Temperatura ambiente durante a calibração:_____(°F) _____(°C) ASSINATURA DO EXECUTOR
Pressão barométrica durante calibração: _______”Hg ________ mm Hg
Ponto de ajuste da calibração (PA):_________________

CALIBRAÇÃO DO AMOSTRADOR

Valores reais da calibração		Valores calibrados		
Manômetro do calibrador de orifício, polegadas (Y1)	Manômetro Magnahelic, polegadas (Y2)	Manômetro do Calibrador de Orifício (Y3)	Manômetro Magnahelic (Y4)	Valor calculado da vazão no calibrador de orifício m^3-padrão/min (X1)
	70			
	60			
	50			
	40			
	30			
	20			
	10			

Definições

Y1 = Leitura do calibrador de orifício, pol H_2O Y4 = Valor calculado para o Magnahelic

Y2 = Leitura do Magnahelic, pol H_2O = $[Y2(Pa/760)(298/\{Ta+273\})]^{1/2}$

Pa = Pressão barom. em cond.reais, mm Hg X1 = valor calculado da vazão no calibrador, m^3-padrão/min

B1 = Intercepto do fabricante para o calibrador de orifício $= \frac{Y3-B1}{M1}$
M1 = Inclinação do fabricante para o calibrador de orifício

Y3 = Valor calculado para o manômetro do calibrador = = $[Y1(Pa/760)(298/\{Ta+273\})]^{1/2}$

P_{std} = Pressão barométrica em cond. padrão, 760 mm Hg

T_a = Temperatura em condições reais, °C T_{std} = temperatura em cond. padrão, 25°C

Figura 9. Formulário de dados de calibração no campo de padrão de transferência tipo orifício

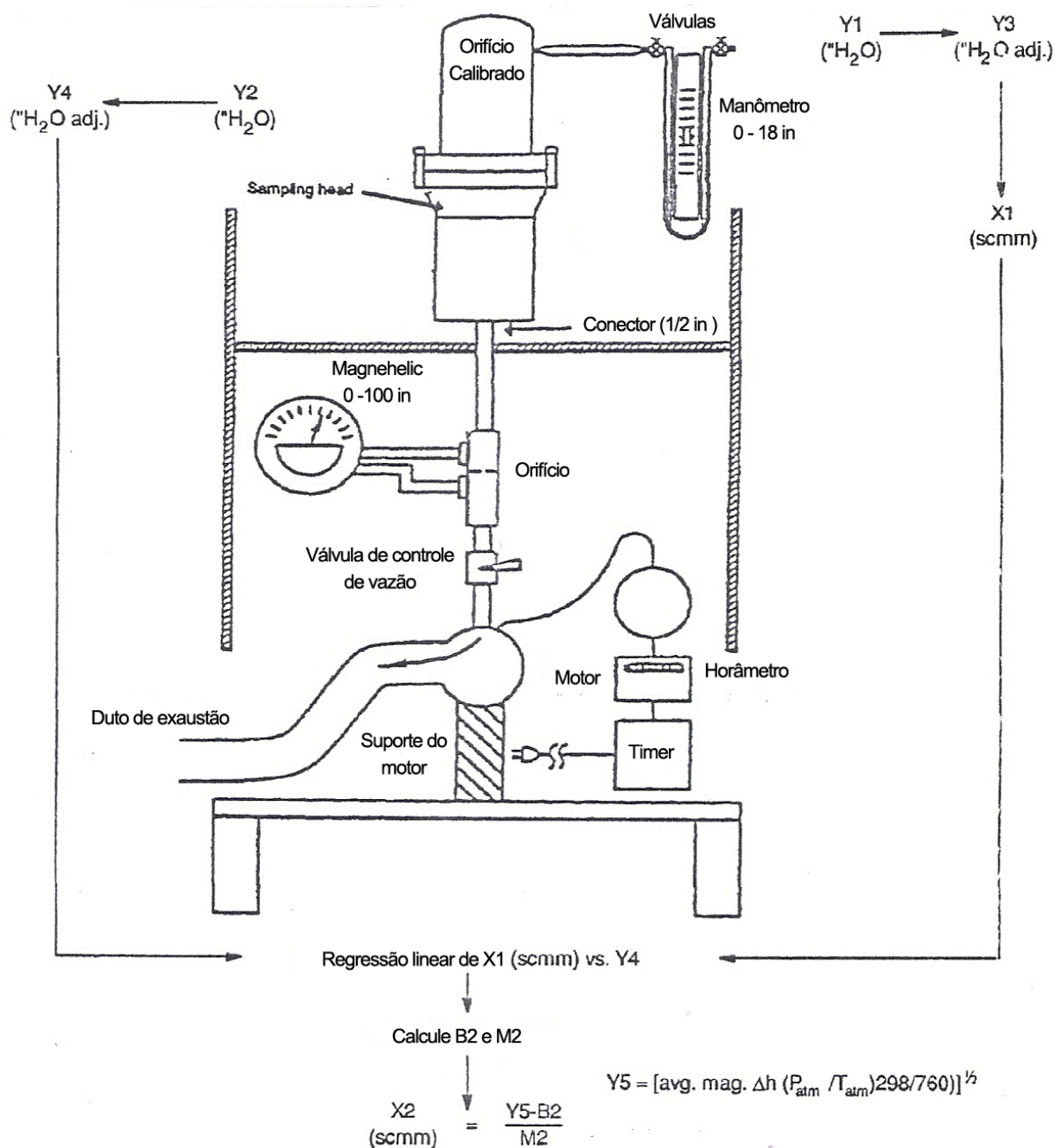



Figura 10. Relação entre o padrão de transferência tipo orifício e a vazão através do amostrador

COMPENDIUM MÉTODO TO-4A
FORMULÁRIO DE DADOS DE AMOSTRAGEM NO CAMPO
DADOS GERAIS

Amostrador n° ________________________ Operador: ______________________________
Amostra EPU n° ________________________ Outras: ________________________________
Local de amostragem: ___________________ _________________________________
___________________________ _________________________________
___________________________ _________________________________

Data certificação Cartucho EPU _______
Data/hora instalação cart. EPU _______
Tempo decorrido:
Início _________
Fim__________
Dif ___________
Amostragem

	Início	Fim
Pressão barométrica (“Hg)	_____	_____
Temperatura ambiente (°F)	_____	_____
Chuva	Sim ___ Não ___	Sim ____ Não____

Tempo de amostragem
Início _______________
Fim ________________
Dif. ________________

M1 _____________ B1 ___________
M2 _____________ B2 ___________

Verificação de auditoria da vazão dentro de ± 10% do ponto de ajuste (set point)
_____ Sim
_____ Não

Tempo	Temperatura	Pressão barométrica	Leitura Magnahelic	Vazão Calculada m^3-padrão/min	Lido por
Média					

Comentários

____
____
____

Figura 11. Formulário de dados de amostragem no campo

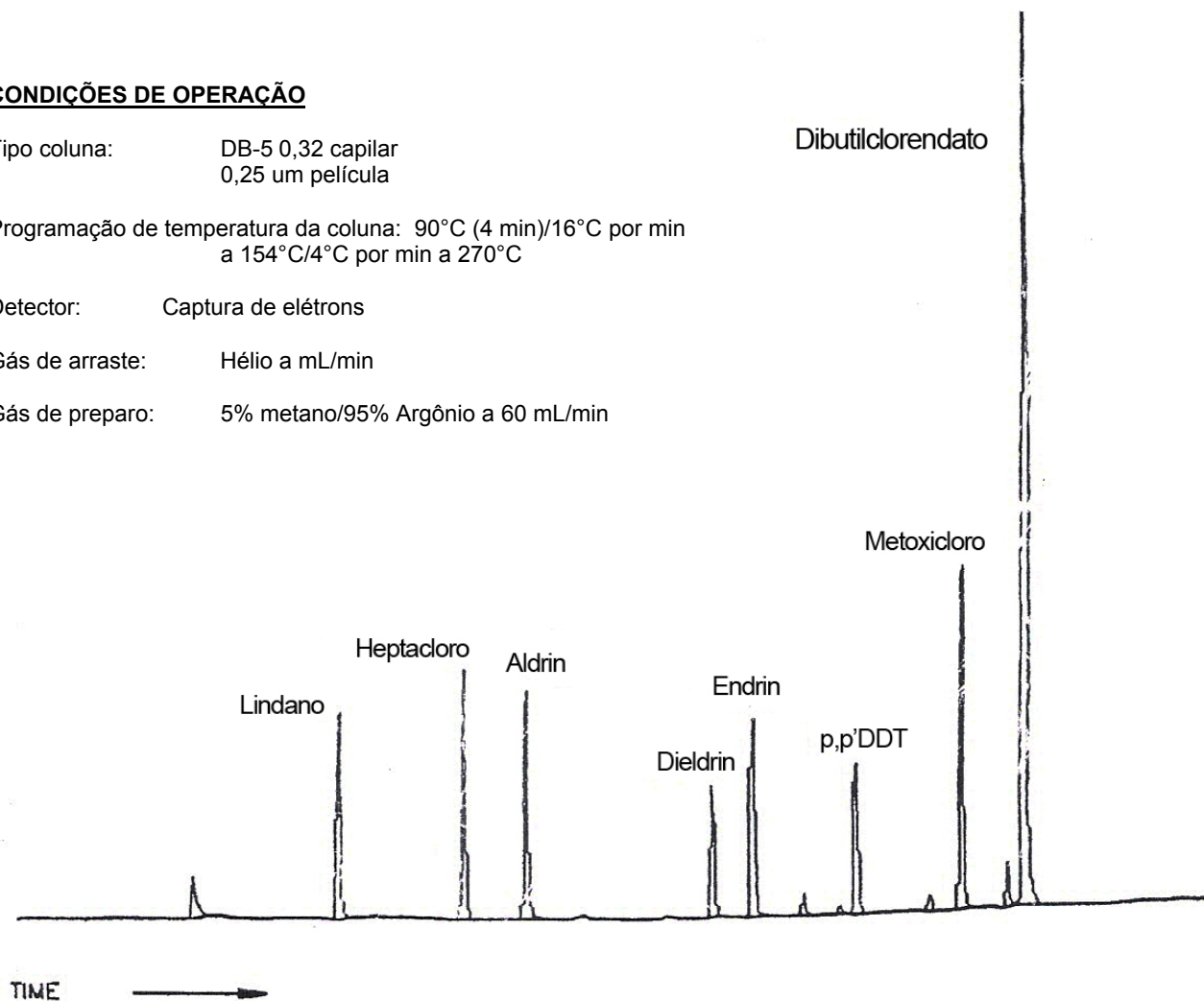



Figura 12. Cromatograma mostrando uma mistura de componentes simples de pesticidas determinados por CG/DCE usando coluna capilar